

**Sintesis Patcoulenil Asetat dari Patcouli Alkohol  
menggunakan Asam Asetat Glasial melalui Pembentukan  
Patcoulena**

**SKRIPSI**

Oleh :

**SELENA BUNGA DESHINTA**

**155090200111034**



**JURUSAN KIMIA**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**

**UNIVERSITAS BRAWIJAYA**

**MALANG**

**2019**



**Sintesis Patcoulenil Asetat dari Patcouli Alkohol  
menggunakan Asam Asetat Glisial melalui Pembentukan  
Patcoulena**

**SKRIPSI**

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains  
dalam bidang Kimia

Oleh :

**SELENA BUNGA DESHINTA**

**155090200111034**



**JURUSAN KIMIA**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**

**UNIVERSITAS BRAWIJAYA**

**MALANG**

**2019**



## LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

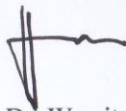
### Sintesis Patcoulenil Asetat dari Patcouli Alkohol menggunakan Asam Asetat Glasial melalui Pembentukan Patcoulena

Oleh :

**SELENA BUNGA DESHINTA**  
**155090200111034**

Setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji  
pada tanggal **27 JUN 2019**  
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar  
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Pembimbing I



Dr. Warsito, MS  
NIP. 195907121985031004

Pembimbing II



Masruri, S.Si., M.Si., Ph.D  
NIP. 197310202002121001

Mengetahui,

Ketua Jurusan Kimia

Fakultas MIPA Universitas Brawijaya



Masruri, S.Si., M.Si., Ph.D  
NIP. 197310202002121001

## LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda di bawah ini :

Nama : Selena Bunga Deshinta

NIM : 155090200111034

Jurusan : Kimia

Penulis skripsi berjudul :

Sintesis Patcoulenil Asetat dari Patcouli Alkohol menggunakan

Asam Asetat Glasial melalui Pembentukan Patcoulena

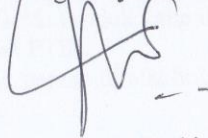
Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaktub di isi dan tertuis di daftar pustaka dalam skripsi ini.
2. Apabila dikemudianhari ternyata skripsi yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akanbersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran

Malang, Juni 2019

Yang menyatakan, "



(Selena Bunga Deshinta)

NIM. 155090200111034

## **Sintesis Patcoulenil Asetat dari Patcouli Alkohol menggunakan Asam Asetat Glasial melalui Pembentukan Patcoulena**

### **ABSTRAK**

Patcouli alkohol merupakan senyawa utama dalam minyak nilam yang banyak digunakan sebagai bahan fiksatif parfum. Senyawa turunan dari patcouli alkohol, misalnya patcoulenil alkohol, dapat dibuat dari patcouli alkohol melalui pembentukan patcoulena. Sintesis patcoulenil asetat dari patchouli alkohol dilakukan dengan dua metode dengan langkah percobaan dan katalis berbeda. Metode pertama (metode A) dilakukan dengan penambahan asam asetat glasial secara langsung dengan katalis zeolite dan variasi waktu selama 24, 36, dan 48 jam. Metode kedua (metode B) dilakukan dengan penambahan asam asetat glasial secara bertahap dengan katalis asam sulfat dan empat perlakuan waktu yang berbeda. Kedua metode dilakukan pada suhu ruang dengan sumber asetil asam asetat glasial dalam pelarut diklorometana dengan pengadukan. Data yang didapatkan dari metode A dengan waktu pengadukan selama 24 jam, 36 jam, dan 48 jam berturut-turut menunjukkan hasil %yield sebesar 6,07%; 0,74%, dan 1,36%. Sedangkan pada metode B dari perlakuan 1, 2, 3, dan 4 dihasilkan %yield berturut-turut sebesar 11,5%; 13,68%, 14,66%, dan 9,94%. Produk yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan GC-MS dan FTIR.

**Kata kunci :** Esterifikasi, patchouli alkohol, patcoulena, asam asetat glasial, patcoulenil asetat



## Synthesis of Patchoulenyl Acetate from Patchouli Alcohol using Glacial Acetic Acid through Patchoulene Formation

### ABSTRACT

Patchouli alcohol is the main substance in patchouli oil which has been widely used for the fixative compound of the perfume. The derivative substance of patchouli alcohol, for instance patchoulenyl acetate, can be formed from patchouli alcohol through the forming of patchoulene. Synthesis of patchoulenyl acetate from patchouli alcohol was done through two different methods which was differed in steps and the catalyst used. The first method was done by adding glacial acetic acid in direct with zeolite catalyst in time variation of 24 hours, 36 hours, and 48 hours. The second method was done by adding glacial acetic acid in stages with sulphate acid and four different time treatment. Both methods were done in room temperature with glacial acetic acid in dichloromethane solvent as acetyl source through stirring. The %yield of the first stirring method with 24, 36, and 48 hours gave 6,07%; 0,74%, and 1,36% respectively. Whereas, in second stirring method provide 11,5%; 13,68%, 14,66%, dan 9,94% of product for treatment 1, 2, 3, and 4 respectively. The major product was identified as patchoulene for the first method and patchoulenyl acetate for the second one. Products obtained were characterize using GC-MS and FTIR.

**Keywords:** Esterification, patchouli alcohol, patchoulene, glacial acetic acid, patchoulenyl acetate

## KATA PENGANTAR

Puji, syukur atas kehadiran Allah SWT. Yang telah melimpahkan rahmat serta kasih sayang-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul, **Sintesis Patcoulenil Asetat dari Patcouli Alkohol menggunakan Asam Asetat Glasial melalui Pembentukan Patcoulena** sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains dalam bidang kimia. Dalam penyusunan skripsi ini, penulis telah didukung oleh berbagai pihak untuk dapat menyelesaikan skripsi ini. Oleh sebab itu, penulis menyampaikan ucapan terimakasih sebesar – besarnya kepada :

1. Allah SWT. yang telah memberikan Rahmat serta Ridho-Nya.
2. Dr. Warsito, S.Si, M.Si selaku dosen pembimbing I atas segala arahan dan dukungan beliau dalam pelaksanaan penelitian hingga penulisan skripsi.
3. Bapak Masruri, S.Si, M.Si, Ph.D selaku ketua jurusan kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya serta dosen pembimbing II atas arahan dan bimbingannya dalam pelaksanaan penelitian dan penulisan skripsi.
4. (Alm.) Dr. Edi Priyo Utomo, M.Si selaku dosen pembimbing atas segala kesabaran, arahan, serta dukungan dalam membuat konsep kerangka skripsi penulis sampai akhir hayat beliau.
5. Ayah, ibu, dedek Afi dan dek Yudha serta keluarga yang telah sabar dan mendoakan demi kelancaran skripsi penulis.
6. Gadis Dian, Galuh Rahmaniah, Filipus Adimas, Silvia Rahmawati, Desta Enggar, Dhodi Ramadhani, Ayu Maharani, Dian Arlantika dan teman-teman lain khususnya dari laboratorium organik yang membantu penyelesaian penulisan skripsi.

Penulis menyadari masih banyak kekurangan dan kesalahan dalam penulisan skripsi ini. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran, sehingga penulis dapat memperbaiki kesalahan dalam penulisan selanjutnya.

Malang, Juli 2019







Penulis

## DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI..... Error! Bookmark not defined.

LEMBAR PERNYATAAN..... Error! Bookmark not defined.

ABSTRAK.....iv

ABSTRACT ..... v

KATA PENGANTAR .....vi

DAFTAR ISI.....vii

DAFTAR GAMBAR.....ix

DAFTAR TABEL.....x

LAMPIRAN.....xi

BAB I..... 1

1.1 Latar Belakang..... 1

1.2 Rumusan Masalah ..... 3

1.3 Batasan Masalah ..... 3

1.4 Tujuan Penelitian..... 4

1.5 Manfaat Penelitian..... 4

BAB II..... 5

2.1 Senyawa-senyawa Alkohol Penyusun Minyak Atsiri..... 5

2.2 Reaksi Esterifikasi Senyawa Alkohol dalam Minyak Atsiri..... 6

2.3 Hipotesis ..... 8

BAB III..... 9

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian ..... 9

3.2 Alat Penelitian ..... 9

vii



3.3	Bahan Penelitian .....	9
3.4	Tahapan Penelitian .....	9
3.5	Prosedur Kerja .....	10
3.5.1	Karakterisasi Kristal Patcouli Alkohol .....	10
3.5.2	Sintesis Senyawa Patcoulenil Asetat .....	10
3.5.3	Karakterisasi Produk Patcoulenil Asetat .....	12
3.5.4	Analisis Data .....	12
<b>BAB IV</b>	<b>.....</b>	<b>15</b>
4.1	Karakterisasi Patcouli Alkohol .....	15
4.1.1	Karakterisasi Menggunakan GC-MS .....	15
4.1.2	Karakterisasi Menggunakan FTIR .....	16
4.2	Reaksi Esterifikasi Patcouli Alkohol dengan Asam Asetat Glasial 17 .....	17
4.2.1	Penambahan Asam Asetat Glasial Secara Langsung (Metode A) .....	18
4.2.2	Penambahan Asam Asetat Glasial secara Bertahap (Metode B) .....	22
<b>BAB V</b>	<b>.....</b>	<b>29</b>
5.1	Kesimpulan .....	29
5.2	Saran .....	29
<b>DAFTAR PUSTAKA</b>	<b>.....</b>	<b>31</b>
<b>LAMPIRAN</b>	<b>.....</b>	<b>37</b>

## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar 2.1</b> : Reaksi Esterifikasi Sitronelol.....	6
<b>Gambar 2.2</b> : Reaksi Sintesis Geranil Butirat.....	6
<b>Gambar 2.3</b> : Reaksi Esterifikasi Eugenol.....	7
<b>Gambar 2.4</b> : Reaksi Asetilasi Limonen.....	7
<b>Gambar 2.5</b> : Reaksi Konversi $\alpha$ -pinen Menjadi Terpinil Asetat.....	8
<b>Gambar 4.1</b> Kromatogram (TIC) kristal patchouli alkohol hasil karakterisasi menggunakan instrument <i>GC-MS</i> .....	15
<b>Gambar 4.2</b> Spektrum FTIR Senyawa Patcouli Alkohol.....	17
<b>Gambar 4.3</b> Persamaan Reaksi Sintesis Patcoulenil Asetat.....	18
<b>Gambar 4.4</b> Kromatogram Total Ion (A) patcouli alkohol, (B) hasil pengadukan 24 jam, (C) hasil pengadukan 36 jam, (D) hasil pengadukan 48 jam.....	19
<b>Gambar 4.6</b> Spektrum FTIR Produk dengan Metode A.....	21
<b>Gambar 4.7.</b> Kromatogram Total Ion.....	24
<b>Gambar 4.8.</b> Spektra Massa Fragmen Patcoulenil Asetat.....	24
<b>Gambar 4.9</b> Spektrum FTIR Patcoulenil Asetat dengan Metode B	26





## DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Komposisi Patcouli Alkohol (bahan dasar sintesis) .....	16
Tabel 4.2 Produk Esterifikasi Patcouli Alkohol dengan Metode Penambahan Asam Asetat Glasial secara Langsung (Metode A).....	20
Tabel 4.3 Sintesis Patcouli Asetat dengan Metode B .....	22
Tabel 4.4 Tabulasi Gugus Fungsi Produk Esterifikasi dengan Metode B .....	27





<b>LAMPIRAN</b>	
<b>LAMPIRAN A. SKEMA KERJA</b> .....	37
A.2 Diagram Alir Sintesis Patcoulenil Asetat Metode A .....	38
A.3 Diagram Alir Sintesis Patcoulenil Asetat Metode B .....	39
<b>LAMPIRAN B. PERHITUNGAN</b> .....	40
B.1 Perhitungan Mol Kristal Patcouli Alkohol Metode A .....	40
B.2 Perhitungan Volume Asam Asetat Glasial (1:33).....	40
B.3 Perhitungan Mol Kristal Patcouli Alkohol Metode B.....	40
B.4 Perhitungan Mol Asam Asetat Glasial Metode B (47,25 mmol) .....	41
B.5 Perhitungan Mol H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (20,25 mmol) .....	42
B.6 Perhitungan Mol MgSO <sub>4</sub> (20,25 mmol).....	42
B.7 Perhitungan % Rendemen Metode A.....	42
B.8 Perhitungan % Rendemen Metode B .....	43
B.9 Perhitungan % Yield Metode A.....	44
B.10 Perhitungan % Yield Metode B .....	44
<b>LAMPIRAN C. MEKANISME REAKSI DAN FRAGMENTASI</b> .....	45
C.1 Mekanisme Reaksi Sintesis Patcoulenil Asetat .....	45
C.2 Mekanisme Fragmentasi Senyawa Patcoulenil Asetat.....	47
<b>LAMPIRAN D. DATA HASIL GC-MS</b> .....	48
D.1 TIC Patcouli Alkohol.....	48
D.2 TIC Produk Esterifikasi 24 jam .....	49
D.3 TIC Produk Esterifikasi 36 jam .....	50
D.4 TIC Produk Esterifikasi 48 jam .....	51
D.5 TIC Produk Esterifikasi Perlakuan 1 .....	52



D.6 TIC Produk Esterifikasi Perlakuan 2 .....	52
D.7 TIC Produk Esterifikasi Perlakuan 3 .....	53
D.8 TIC Produk Esterifikasi Perlakuan 4 .....	54
LAMPIRAN E. SPEKTRA MASSA .....	55
E.1 Spektra Massa Patcouli Alkohol (bahan dasar).....	55
E.2 Spektra Massa Patcoulene.....	55
E.3 Spektra Massa Seychellene .....	55
E.4 Spektra Massa Alpha-patcoulene .....	55
E.5 Spektra Massa Alpha-gurjunene .....	55
E.6 Spektra Massa Aromadendrene.....	55
E.7 Spektra Massa Fragmen Patcoulenil Asetat pada Metode B Perlakuan 2 .....	56
E.7 Spektra Massa Fragmen Patcoulenil Asetat pada Metode B Perlakuan 3 .....	56
LAMPIRAN F. DATA HASIL FTIR.....	57
F.1 Spektra IR Patcouli Alkohol.....	57
F.2 Spektra IR Produk Esterifikasi Metode A 24 jam .....	57
F.3 Spektra IR Produk Esterifikasi Metode A 36 jam .....	58
F.4 Spektra IR Produk Esterifikasi Metode A 48 jam .....	58
F.5 Spektra IR Produk Esterifikasi Metode B Perlakuan 1 .....	59
F.6 Spektra IR Produk Esterifikasi Metode B Perlakuan 2 .....	59
F.7 Spektra IR Produk Esterifikasi Metode B Perlakuan 3 .....	60
F.8 Spektra IR Produk Esterifikasi Metode B Perlakuan 4 .....	60
LAMPIRAN G. DOKUMENTASI PENELITIAN .....	61
Gambar F.1 Proses Pengadukan setelah 48 jam .....	61
Gambar F.2 Produk Patcoulenil Asetat dengan Metode A dari kiri ke kanan: 24 jam; 36 jam; 48 jam.....	61



Gambar F.3 Produk patcoulenil asetat dengan metode B dari kiri ke kanan; perlakuan 1, perlakuan 2, perlakuan 3, dan perlakuan 4.





## BAB I PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Minyak atsiri merupakan minyak yang mudah menguap dan memiliki bau wangi khas yang dapat diperoleh dari berbagai bagian tanaman seperti akar, batang, ranting, daun, bunga, dan buah[1]. Mengingat sifatnya yang memiliki bau khas, tidak sedikit minyak atsiri yang digunakan oleh industri parfum sebagai wewangian dan kosmetika. Selain itu, minyak atsiri juga digunakan sebagai bahan baku obat dan aromaterapi[2]. Minyak atsiri Indonesia memiliki potensi yang besar sebagai pemasok utama minyak atsiri di dunia, terutama minyak nilam yang terkenal sebagai *fiksatif* parfum. Indonesia sebagai pemasok terbesar kebutuhan minyak nilam dunia yang mencapai 90% [3].

Minyak nilam (*Pogostemon cablin*) tersusun atas beberapa komponen yaitu  $\alpha$ -pinen (0,2%),  $\beta$ -pinen (0,4%),  $\beta$ -patcoulen (4,2%),  $\beta$ -karyopilen (4,5%),  $\alpha$ -guaien (14,6%),  $\alpha$ -humulen (0,7%), seycelen (5,6%),  $\alpha$ -patcoulen (3,3%), selinen (3,9%), dan patcouli alkohol (23%)[4]. Patcouli alkohol sebagai komponen terbesar merupakan suatu senyawa sesquiterpen trisiklik dan tidak larut dalam air tetapi larut dalam pelarut organik[5,6]. Dalam industri parfum, patcouli alkohol digunakan sebagai fiksatif atau pengikat aroma parfum dan penggunaannya mencapai 0.1-1 metrik ton per tahun diseluruh dunia[7,8].

Usaha untuk mengembangkan derivat patcouli alkohol telah banyak dilakukan dengan tujuan untuk menghasilkan senyawa baru dengan aroma yang berbeda dan memiliki nilai jual yang lebih tinggi[9,10]. Patcouli alkohol telah terbukti mampu diubah menjadi derivatnya, patchouli asetat, dengan reaksi esterifikasi[11]. Ester dari patchouli alkohol dilaporkan memiliki aroma *soft woody* dan sineol (eukalyptus) sedangkan patcouli alkohol memiliki aroma *hard woody*[12].

Reaksi esterifikasi dapat terjadi secara langsung dengan adanya asam karboksilat dan alkohol. Laju pembentukan esternya bergantung pada kekuatan asam karboksilat dan jenis alkohol yang



direaksikan. Asam yang biasa digunakan adalah anhidrida asam asetat karena sifatnya yang lebih reaktif dibandingkan asam asetat [39]. Anhidrida asam asetat selain harganya yang relative tinggi, dibatasi penggunaannya karena merupakan precursor narkotika dan psikotropika [40]. Oleh karena itu, pada penelitian ini digunakan asam asetat glasial yang dirasa lebih terjangkau baik harga maupun ketersediaanya.

Esterifikasi menggunakan katalis asam bersifat reversible. Asam sulfat sering kali digunakan sebagai katalis dalam reaksi esterifikasi [24]. Selain katalis asam yang merupakan katalis homogen, katalis heterogen seperti zeolite juga dapat digunakan sebagai katalis dengan beberapa modifikasi [35]. Zeolit sering digunakan sebagai katalis padat pada berbagai reaksi esterifikasi karena sifatnya yang berpori dan kelimpahannya di alam [36-38]. Penelitian menggunakan katalis heterogen telah dilakukan oleh Rachmayanti pada tahun 2016 menggunakan zeolite beta termodifikasi dan asam asetat menghasilkan 12,23% yield[10].

Berdasarkan tipe reaksinya, reaksi esterifikasi dapat terjadi melalui beberapa cara, antara lain: 1) reaksi reversible antara asam karboksilat dan alkohol, seperti terbentuknya ester sitronelil formiat dengan katalis asam dan geranil butirat dengan katalis enzim [25, 27], 2) reaksi asam basa seperti terbentuknya eugenil asetat dari eugenol dengan katalis enzim[26], 3) reaksi pembentukan ester melalui pembentukan karbokation seperti  $\alpha$ -terpinil asetat dan terpinen-4-asetat dari limonen [32], dan 4) reaksi pembukaan cincin seperti pembentukan terpinil asetat dari  $\alpha$ -pinen berkatalis zeolit[15].

Sintesis t-butil ester dari t-butanol telah dilakukan oleh Wright dkk (1997) dengan memanfaatkan t-butanol sebagai sumber utama pembuatan isobutilen yang kemudian diubah menjadi t-butil ester. Reaksi esterifikasi ini dilakukan dengan asam benzoat dalam pelarut diklorometana dan katalis pasta campuran  $H_2SO_4$  dan  $MgSO_4$  pada suhu  $25^\circ C$  dengan pengadukan selama 18 jam menghasilkan yield 93% [14]. Usaha melakukan esterifikasi patcouli alkohol sebelumnya telah dilakukan oleh Hapsari (2014) menggunakan katalis  $H_2SO_4$  dan asetat anhidrid dengan reflux pada suhu  $110^\circ C$



selama 8-9 jam menghasilkan yield 99,09% tetapi molekul target tidak terbentuk dan produk teridentifikasi dalam bentuk patchoulene [12].

Ditinjau dari struktur geometri, patchouli alkohol merupakan alkohol tersier siklis yang relatif sulit bereaksi dengan asam untuk menghasilkan ester karena halangan steriknya tinggi. Oleh karena itu perlu diupayakan untuk menurunkan halangan sterik molekul tersebut dengan mengubah dulu patchouli alkohol menjadi patchoulene yang diikuti dengan pembentukan ester. Gainsford dkk (2001) telah berhasil mengonversikan  $\alpha$ -pinen menjadi terpinil asetat menggunakan katalis zeolit beta pada temperatur 20°C dengan pengadukan selama 21 jam menghasilkan yield 35% [15]. Dalam pengubahan  $\alpha$ -pinen menjadi terpinil asetat ini dilalui dengan cara pembukaan cincin yang beranggotakan empat karbon yang dimiliki  $\alpha$ -pinen dan bukan dari cincin yang beranggotakan enam karbon.

Pengubahan molekul patchouli alkohol menjadi patchoulene akan mengubah kerangka siklis dari trisiklis yang masing-masing beranggotakan enam karbon menjadi trisiklis yang beranggotakan lima, dua siklis beranggotakan lima karbon dan yang lain beranggotakan tujuh karbon. Kedua kerangka siklis dalam patchoulene memiliki sudut regang yang lebih tinggi. Oleh karena itu, menarik untuk dikaji reaksi esterifikasi patchouli alkohol melalui pembentukan patchoulene.

## 1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah disampaikan, rumusan masalah yang akan diteliti yaitu :

1. Dapatkah patchoulene asetat terbentuk dari patchouli alkohol melalui pembentukan patchoulene
2. Bagaimana pengaruh waktu pengadukan dalam reaksi sintesis patchoulene asetat terhadap % yield.
3. Bagaimana pengaruh penggunaan katalis dalam reaksi sintesis patchoulene asetat terhadap % yield.

## 1.3 Batasan Masalah

1. Patchouli alkohol yang digunakan dalam proses esterifikasi diperoleh dari Institut Atsiri Universitas Brawijaya.
2. Katalis heterogen yang digunakan adalah zeolit

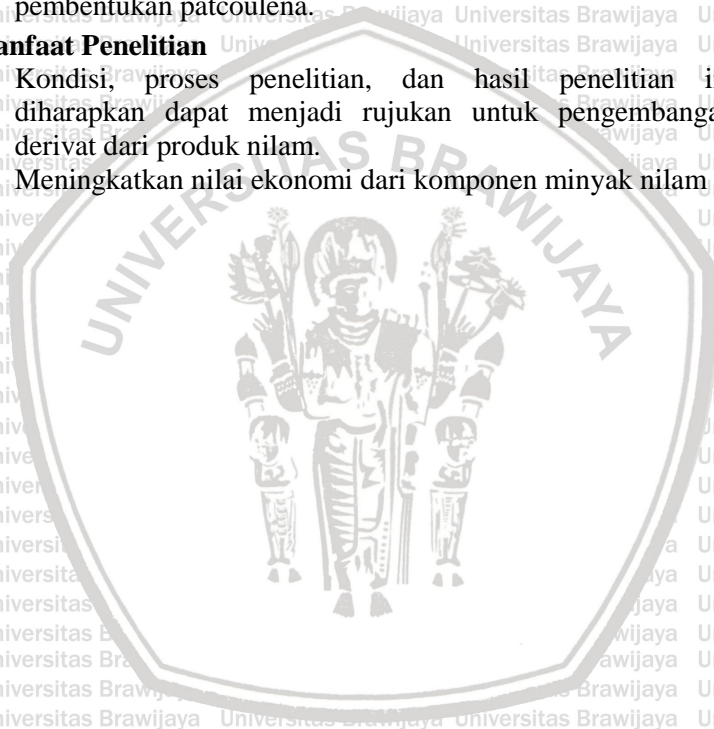
## 1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dilakukannya penelitian ini adalah sebagai berikut,

1. Membuat patcoulenil asetat dari patcouli alkohol melalui pembentukan patcoulena
2. Menentukan waktu optimum reaksi pembentukan patcoulenil asetat dari patchouli alkohol melalui pembentukan patcoulena.
3. Menentukan katalis yang efektif dalam reaksi pembentukan patcoulenil asetat dari patchouli alkohol melalui pembentukan patcoulena.

## 1.5 Manfaat Penelitian

1. Kondisi, proses penelitian, dan hasil penelitian ini diharapkan dapat menjadi rujukan untuk pengembangan derivat dari produk nilam.
2. Meningkatkan nilai ekonomi dari komponen minyak nilam





## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Senyawa-senyawa Alkohol Penyusun Minyak Atsiri

Minyak atsiri merupakan minyak yang berasal dari tanaman tradisional yang penggunaannya luas meliputi bahan baku parfum, aromaterapi, obat-obatan, makanan, hingga kosmetik [16]. Jumlah species tanaman yang dapat menghasilkan minyak atsiri ada 150-200 spesies tetapi hanya 70 yang beredar dipasaran dunia. Dari 70 jenis minyak atsiri tersebut, Indonesia menghasilkan 40 jenis minyak atsiri dan hanya 12 yang telah dikembangkan sedangkan 9 diantaranya telah menembus pasar ekspor dunia [16,17].

Dua belas jenis minyak atsiri ini antara lain minyak akar wangi (*java vetiver oil*), minyak serai wangi (*java citronella oil*), minyak pala (*nutmeg oil*), minyak cengkih (*clove oil*), minyak kayu putih (*cajuput oil*), minyak nilam (*patchouli oil*), minyak kenanga (*cananga oil*), minyak lada (*pepper oil*), minyak jahe (*ginger oil*), minyak cendana (*sandalwood oil*), minyak kemukus (*cubeb oil*), dan minyak masoyi (*masoyi oil*) [17]. Selain yang disebutkan diatas, di Indonesia masih terdapat banyak jenis minyak atsiri lain seperti minyak jeruk purut (*lime oil*), minyak teh pohon (*tea tree oil*), minyak kayu manis (*cinnamon oil*), minyak mint (*mint oil*), minyak adas (*fennel oil*), minyak melati (*jasmine oil*), dan lain-lain[2].

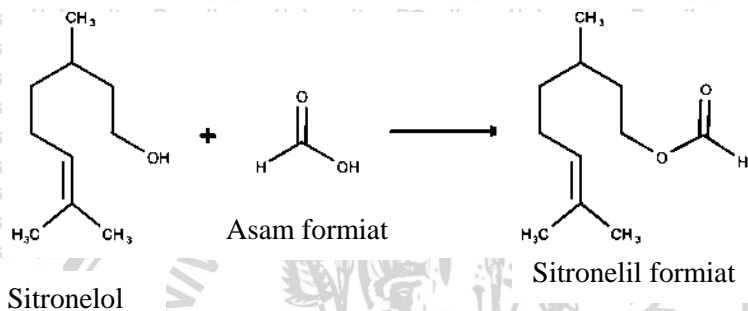
Komponen-komponen utama minyak atsiri bermacam-macam dan beberapa mengandung senyawa alkohol. Minyak serai wangi mengandung geraniol (30,4%), dan sitronellol (14,3%), sedangkan minyak akar wangi memiliki kandungan vetiverol sebesar 51.82%. Senyawa alkohol yang terdapat dalam minyak kenanga adalah linalool (11,28%), sedangkan minyak nilam memiliki kandungan patchouli alkohol mencapai 22,4% [18-23].

Tampak bahwa senyawa-senyawa alkohol yang terdapat dalam minyak atsiri dapat dikelompokkan kedalam alkohol primer seperti geraniol dan sitronelol, alkohol sekunder seperti vetiverol, dan alkohol tersier seperti linalool dan patchouli alkohol.

## 2.2 Reaksi Esterifikasi Senyawa Alkohol dalam Minyak Atsiri

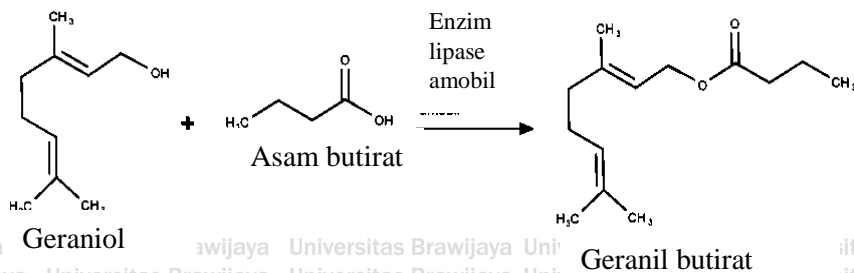
Secara umum, esterifikasi merupakan reaksi antara gugus karboksilat dan gugus alkohol membentuk ester, bersifat reversible dengan melepaskan air [13]. Dalam reaksi esterifikasi umumnya digunakan katalis asam misalnya HCl dan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> [24].

Damayanti (2016) telah berhasil menyintesis senyawa sitronellil formiat dari sitronellol hasil reduksi sitronellal dan asam formiat menggunakan katalis asam sulfat pekat pada suhu 46°C selama 2 jam sesuai reaksi berikut [25].



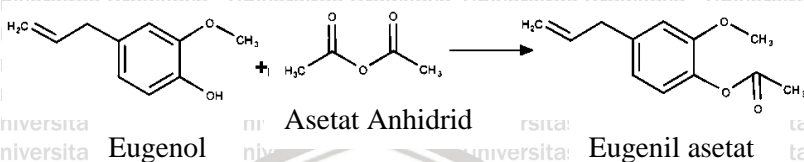
**Gambar 2.1 : Reaksi Esterifikasi Sitronelol**

Reaksi esterifikasi juga dapat dilakukan melalui aktivitas enzim. Sebagai contoh, Wang dkk (2019) berhasil menyintesis geranil butirat dari geraniol dan asam butirat dengan enzim lipase amobil sesuai dengan reaksi berikut [27].



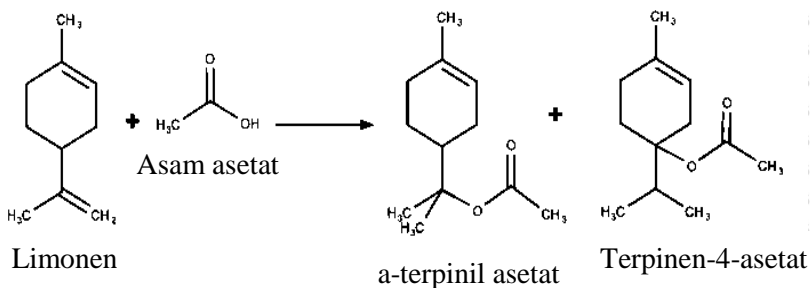
**Gambar 2.2 : Reaksi Sintesis Geranil Butirat**

Selain interaksi antara alkohol dan asam sesuai kedua contoh reaksi diatas baik menggunakan katalis asam maupun enzim, esterifikasi dapat dilakukan antara asam dan basa. Sintesis eugenil asetat dari eugenol telah berhasil dilakukan dengan menggunakan enzim lipase amobil [26].



**Gambar 2.3 : Reaksi Esterifikasi Eugenol**

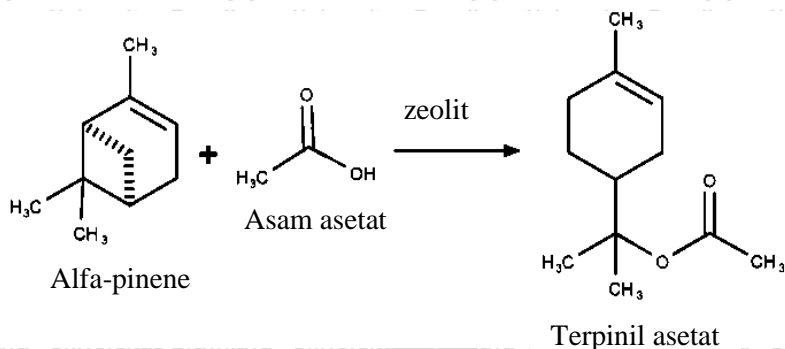
Reaksi antara karbon tak jenuh dengan aril melalui pembentukan karbokation juga dapat membentuk ester, seperti yang telah dilakukan oleh Avilla dkk (2008) dalam penelitiannya asetilasi limonen [32].



**Gambar 2.4 : Reaksi Asetilasi Limonen**

Reaksi pembukaan cincin seperti yang dilakukan oleh Gainsford dkk (2001) menghasilkan terpinyl asetat dari α-pinen sesuai dengan reaksi berikut [15].





**Gambar 2.5 :** Reaksi Konversi  $\alpha$ -pinen Menjadi Terpinil Asetat

### 2.3 Hipotesis

Berdasarkan uraian diatas, hipotesis yang diajukan adalah senyawa patchoulenil asetat dapat dihasilkan dari reaksi esterifikasi antara patcouli alkohol dan asam asetat glasial melalui pembentukan patcoulena.

## BAB III METODE PENELITIAN

### 3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan selama bulan Februari hingga April 2019 di Laboratorium Kimia Organik dan Laboratorium Instrumen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Brawijaya.

### 3.2 Alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas beaker 250 ml, gelas beaker 500 mL, erlenmeyer 250 ml, gelas arloji, pengaduk gelas, pengaduk besi, gelas ukur 100 mL, gelas ukur 10 mL, pipet tetes, *magnetic stirrer*, kertas saring Whatman no 42, neraca analitik, termometer, dan *Hot Plate Stirrer*. Pada karakterisasi produk digunakan instrument kromatografi gas spektrometer massa (GCMS-QP 2010S Shimadzu), dan FT-IR (FT-IR 8400S Shimadzu).

### 3.3 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah patcouli alkohol dari Institut Atsiri Universitas Brawijaya, diklorometana p.a, asam asetat glasial,  $\text{NaHCO}_3$ , zeolite,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{MgSO}_4$  anhidrat, dan aquades.

### 3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan yang dilakukan dalam penelitian ini sebagai berikut,

1. Karakterisasi kristal patcouli alkohol menggunakan alat *Gas Chromatography mass Spectrofotometry* (GCMS) dan FTIR
2. Sintesis patcoulenil asetat menggunakan katalis zeolite dengan metode penambahan asam asetat glasial secara langsung
3. Sintesis patcoulenil asetat dari patcoulol melalui patcoulen menggunakan katalis asam dengan metode penambahan asam asetat glasial secara bertahap
4. Karakterisasi hasil sintesis menggunakan instrumen *Fourier Transfrom Infrared* (FTIR) dan *Gas Chromatography mass Spectrofotometry* (GCMS).
5. Analisis data

### 3.5 Prosedur Kerja

#### 3.5.1 Karakterisasi Kristal Patcouli Alkohol

##### 3.5.1.1 Karakterisasi menggunakan GC-MS

Sampel kristal patcouli alkohol sebanyak 0,1 g dilarutkan dalam pelarut diklorometana sebanyak 10 mL. Kemudian sampel diambil sebanyak 0.2  $\mu$ L dan diinjeksikan menggunakan *syringe* pada instrument GCMS-QP 2010S Shimadzu dengan kondisi operasional

Gas pembawa	: Helium
Temperatur oven kolom	: 60-215 ° C
Temperatur injector	: 225 ° C
Kecepatan alir gas	: 50 mL/menit
Jenis kolom	: Kolom kapiler Restrex Rtx-5
Panjang kolom	: 30 meter

Hasil yang diperoleh dari analisis GC-MS berupa *Total Ionic Chromatogram* (TIC). Masing-masing TIC yang diperoleh discan untuk memperoleh spektra massanya.

##### 3.5.1.2 Karakterisasi menggunakan FT-IR

Sampel patcouli alkohol sebanyak 0,1 mg dicampur dengan padatan KBr 0,2 mg. Kemudian ditumbuk diatas mortar menggunakan agat hingga halus. Serbuk halus yang diperoleh dimasukkan di handy press dengan cara mengencangkan baut hingga membentuk pellet. Selanjutnya pellet dimasukkan ke dalam holder alat FTIR dan discanning, direkam spektrum IR yang dihasilkan.

#### 3.5.2 Sintesis Senyawa Patcoulenil Asetat

##### 3.5.2.1 Penambahan Asam Asetat Glasial secara Langsung (Metode A)

Patcouli alkohol sebanyak 3,11 g (10,5 mmol) dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL ditambah 20 mL (350 mmol) asam asetat glasial. Kemudian ditambah katalis zeolite sebanyak 1 g. Campuran di aduk diatas *hot plate stirrer* pada suhu 25°C selama 48 jam dalam keadaan tertutup rapat. Cairan hasil pengadukan diambil sebanyak 6 mL setelah pengadukan selama 24, 36, dan 48 jam. Cairan ini dilarutkan dalam diklorometana sebanyak 50 mL dan



disaring menggunakan kertas saring halus. Campuran dinetralkan dengan menambahkan larutan jenuh natrium bikarbonat sebanyak 75 mL. Dipisahkan antara fasa air dan organik. Kemudian fasa organik dikeringkan menggunakan  $\text{MgSO}_4$  anhidrat. Cairan hasil reaksi dipekatkan dengan menguapkan pelarut pada suhu ruang dan produk reaksi ditimbang massanya.

### 3.5.2.2 Penambahan Asam Asetat Glasial secara Bertahap (Metode B)

Magnesium sulfat ditimbang sebanyak 2,4 g (20,25 mmol) dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer. Disiapkan larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat sebanyak 1,12 mL (20,25 mol) dan diteteskan secara perlahan dan merata ke dalam erlenmeyer. Setelah itu, pada campuran ditambah pelarut diklorometana sebanyak 30 mL. Magnetic stirrer dimasukkan dan campuran diaduk selama 15 menit. Asam asetat glasial sebanyak 2,7 mL (47,25 mmol) ditambahkan ke dalam campuran tersebut dan pengadukan terus dilanjutkan. Kemudian, patcouli alkohol ditimbang sebanyak 3 g (10,15 mmol) ditambahkan. Erlenmeyer ditutup rapat dan campuran diaduk selama 48 jam. Setelah 48 jam, pada campuran ditambah 10 mL (175 mmol) asam asetat glasial dan diaduk selama 48 jam berikutnya. Setelah 48 jam, pengadukan dihentikan dengan menambahkan 75 mL larutan jenuh natrium bikarbonat dan diaduk sampai  $\text{MgSO}_4$  larut sempurna. Pengadukan selama 2x48 jam ini disebut sebagai perlakuan 1. Setelah larut, larutan disaring menggunakan kertas saring. Pada cairan akan terbentuk dua fasa. Kedua fasa dipisahkan menggunakan corong pisah. Setelah dipisahkan antara fasa air dan organik, fasa organik diambil dan dipekatkan dari pelarutnya kemudian ditimbang massanya. Adapun untuk perlakuan 2, pengadukan pertama dilakukan selama 24 jam dan pengadukan kedua (setelah ditambah asam asetat berlebih) dilakukan selama 24 jam juga. Untuk perlakuan 3, pengadukan pertama dilakukan selama 24 jam dan pengadukan kedua dilakukan selama 48 jam. Untuk perlakuan 4, pengadukan pertama dilakukan selama 48 jam, pengadukan kedua dilakukan selama 24 jam.

### 3.5.3 Karakterisasi Produk Patchoulol Asetat

#### 3.5.3.1 Karakterisasi menggunakan GC-MS

Produk patchoulol asetat yang terbentuk baik dari metode A maupun metode B masing-masing diambil sebanyak 0,1 mL dan dilarutkan dalam pelarut diklorometana sebanyak 10 mL. Kemudian sampel diambil sebanyak 0,2 µL dan diinjeksikan menggunakan *syringe* pada instrument GCMS-QP 2010S Shimadzu dengan kondisi operasional

Gas pembawa : Helium

Temperatur oven kolom : 60-215 °C

Temperatur injector : 225 °C

Kecepatan alir gas : 50 mL/menit

Jenis kolom : Kolom kapiler Restrex Rtx-5

Panjang kolom : 30 meter

Hasil yang diperoleh dari analisis GC-MS berupa *Total Ionic Chromatogram* (TIC). Masing-masing TIC yang diperoleh discan untuk memperoleh spektra massanya.

#### 3.5.3.2 Karakterisasi menggunakan FT-IR

Produk patchoulol asetat sebanyak 1 tetes dicampur dengan padatan KBr 0,2 mg. Kemudian ditumbuk diatas mortar menggunakan agat hingga halus. Serbuk halus yang diperoleh dimasukkan di handy press dengan cara mengencangkan baut hingga membentuk pellet. Selanjutnya pellet dimasukkan ke dalam holder alat FTIR dan discanning, direkam spektrum IR yang dihasilkan.

### 3.5.4 Analisis Data

#### 3.5.4.1 Analisis data GC-MS

Kristal patchouli alkohol dan produk reaksi patchoulol asetat dikarakterisasi menggunakan *GC-MS* untuk mengetahui komponen penyusunnya. Hasil yang diperoleh dari analisis GC-MS adalah *Total Ionic Chromatogram* (TIC) dan spectra massa (MS). TIC menginformasikan jumlah senyawa dan kelimpahannya pada sampel yang diujikan dengan waktu retensi yang berbeda-beda. Analisis TIC yang diperoleh dilakukan dengan melihat puncak tertinggi pada kromatogram untuk mengetahui senyawa yang dominan di dalam sampel yang diuji. Data spectra massa berupa pola fragmentasi dari

senyawa yang diujikan didapat dari scanning masing-masing puncak dalam TIC yang diperoleh. Pola fragmentasi ini dibandingkan dengan pola fragmentasi dari *library WILEY.7* sehingga dapat diketahui senyawanya dengan *Similarity Index* (SI) tertentu.

#### 3.5.4.2 Analisis data FTIR

Karakterisasi senyawa pada patcouli alkohol dan produk patcoulenil asetat menggunakan FTIR digunakan untuk mengetahui gugus fungsi spesifik senyawa yang terkandung dalam sampel yang diuji. Hasil yang diperoleh dari analisis menggunakan FTIR berupa spectra IR. Spektra yang didapat memiliki informasi serapan pada bilangan gelombang tertentu dan transmitansinya (1/T). Serapan pada bilangan gelombang tertentu merupakan serapan spesifik untuk gugus tertentu. Melalui data spectra IR dapat diketahui gugus-gugus spesifik yang terdapat pada patcouli alkohol maupun patcoulenil asetat.

#### 3.5.4.3 Perhitungan % Yield

Massa yang diperoleh dari produk patcoulenil asetat digunakan untuk menentukan persen (%) rendemen dengan cara perbandingan antara massa yang diperoleh dengan massa awal dikali 100% dengan rumus :

$$\% \text{ rendemen} = \frac{\text{massa patcoulenil asetat}}{\text{massa patcouli alkohol}} \times 100\%$$

Massa yang diperoleh dari sintesis patcoulenil asetat dari patcouli alkohol untuk menentukan persen (%) *yield* dengan cara perbandingan antara massa yang diperoleh dengan massa teoritis dikali 100% dengan rumus :

$$\% \text{ yield} = \frac{\text{massa hasil } x \text{ kadar patcoulenil asetat}}{\text{massa teoritis}} \times 100\%$$



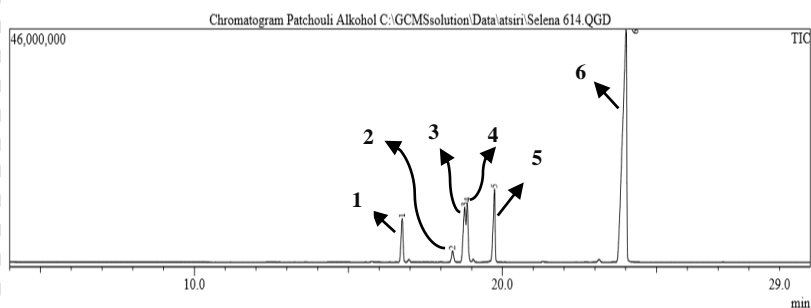


## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1 Karakterisasi Patcouli Alkohol

#### 4.1.1 Karakterisasi Menggunakan GC-MS

Hasil analisis patcouli alkohol yang digunakan sebagai bahan dasar menggunakan GC-MS diperoleh TIC yang ditampilkan dalam **Gambar 4.1**.



**Gambar 4.1** Kromatogram (TIC) kristal patchouli alkohol hasil karakterisasi menggunakan instrument *GC-MS*

Berdasarkan kromatogram pada **Gambar 4.1** terdapat 6 puncak, dimana puncak tertinggi berdasarkan hasil analisis spectra massa (**lampiran E.1**) teridentifikasi sebagai patcouli alkohol. Puncak patcouli alkohol memiliki waktu retensi paling besar dibandingkan komponen yang lain. Hal ini menggambarkan bahwa patcouli asetat memiliki titik didih dan berat molekul lebih tinggi dari pada komponen lain. Senyawa pada puncak nomor 1 memiliki waktu retensi paling kecil yaitu 16,746 menit merupakan  $\beta$ -patcoulena sedangkan senyawa pada puncak nomor 2, 3, dan 4 memiliki waktu retensi yaitu 18,378; 18,771; 18,858 menit merupakan bentuk isomerisasi dari patcoulena, yaitu berturut-turut seychellene,  $\alpha$ -patcoulena, dan  $\alpha$ -gurjunena. Urutan waktu retensi seperti yang sama juga dihasilkan oleh Hu tahun 2005 yang menunjukkan bahwa senyawa yang memiliki waktu retensi paling kecil adalah patcoulena, dilanjutkan dengan senyawa isomernya

yaitu caryophyllene, alpha-guaiene, seychellene, beta-guaiene, delta-guaiene, spathulenol, dan patcouli alkohol dengan waktu retensi paling tinggi [42]. Pola fragmentasi ditabulasikan dalam **Tabel 4.1**. Berdasarkan pada **Tabel 4.1** dapat diketahui bahwa patcouli alkohol memiliki kelimpahan sebesar 75,20% sedangkan senyawa lain yang dianggap sebagai impuritis memiliki kelimpahan total sebesar 24,80%.

**Tabel 4.1 Komposisi Patcouli Alkohol (bahan dasar sintesis)**

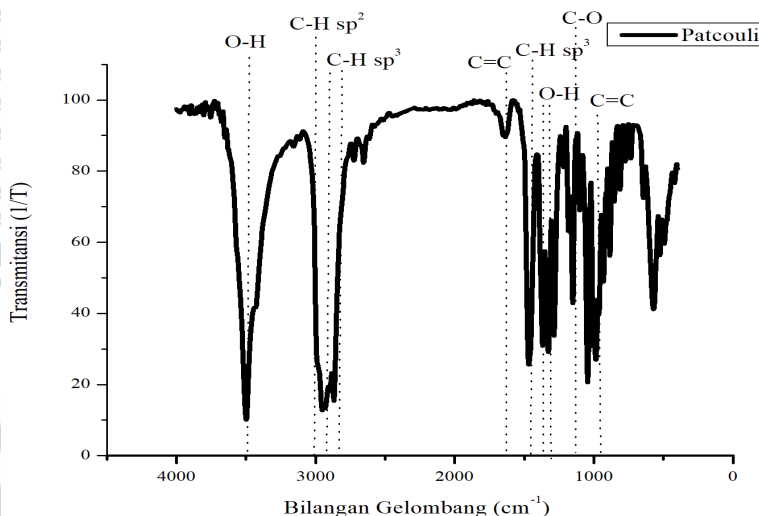
Line	Waktu Retensi (menit)	% Area	Perkiraan Nama Senyawa
1	16,746	6,75	$\beta$ -patcoulena
2	18,378	1,62	Seychellena
3	18,771	2,57	$\alpha$ -patcoulena
4	18,858	2,93	$\alpha$ -gurjunena
5	19,741	10,93	aromadendrene
6	24,012	75,20	Patcouli alkohol

#### 4.1.2 Karakterisasi Menggunakan FTIR

Spectra IR hasil analisis patcouli alkohol yang digunakan sebagai bahan dasar menggunakan FTIR ditampilkan dalam **Gambar 4.2**. Gugus fungsi spesifik patcouli alkohol, yaitu gugus hidroksi ditunjukkan dengan regangan O-H pada bilangan gelombang  $3499,39\text{ cm}^{-1}$  dengan intensitas yang kuat. Serapan tekukan O-H juga tampak pada bilangan gelombang  $1370,13\text{ cm}^{-1}$ ,  $1329,63\text{ cm}^{-1}$ , dan  $1287,19\text{ cm}^{-1}$ . Serapan dengan intensitas kuat lain adalah serapan regangan C-H  $\text{sp}^3$  yang berada pada bilangan gelombang  $2951,65\text{ cm}^{-1}$ ,  $2932,36\text{ cm}^{-1}$ ,  $2897,64\text{ cm}^{-1}$ , dan  $2868,71\text{ cm}^{-1}$ . Adanya regangan C-H  $\text{sp}^3$  dapat dikonfirmasi dengan adanya tekukan C-H  $\text{sp}^3$  juga pada bilangan gelombang  $1470,42\text{ cm}^{-1}$  dengan intensitas medium. Di sisi kiri terdapat puncak yang tumpang tindih di daerah  $3100\text{ cm}^{-1}$  atau daerah serapan regangan



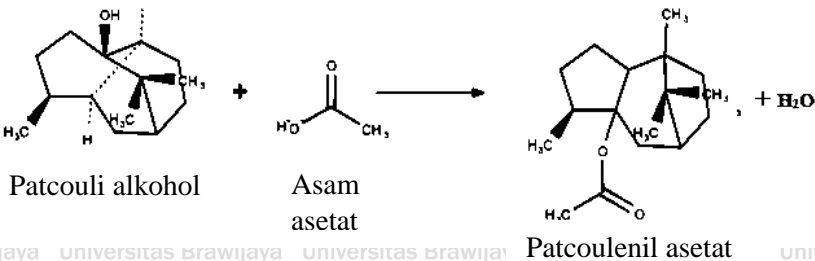
C-H  $sp^2$  Hal ini dapat dikonfirmasi dengan data MS yang menunjukkan terdapat senyawa alkena. Selain itu, terdapat regangan C=C alkena termonosubstitusi pada bilangan gelombang 1636,29  $cm^{-1}$  dan tekukan C=C alkena termonosubstitusi pada bilangan gelombang 988,25  $cm^{-1}$ . Pada bilangan gelombang 1154,12  $cm^{-1}$  terdapat serapan regangan C-O alkohol tersier dengan intensitas medium.



**Gambar 4.2** Spektrum FTIR Senyawa Patcouli Alkohol

#### 4.2 Reaksi Esterifikasi Patcouli Alkohol dengan Asam Asetat Glisial

Reaksi esterifikasi secara umum merupakan reaksi antara senyawa asam karboksilat dengan alkohol. Dalam kasus ini, patcouli alkohol bertindak sebagai penyedia gugus hidroksi sedangkan asam asetat glisial sebagai penyedia gugus karboksilat. Persamaan reaksi mengikuti reaksi sebagai berikut:



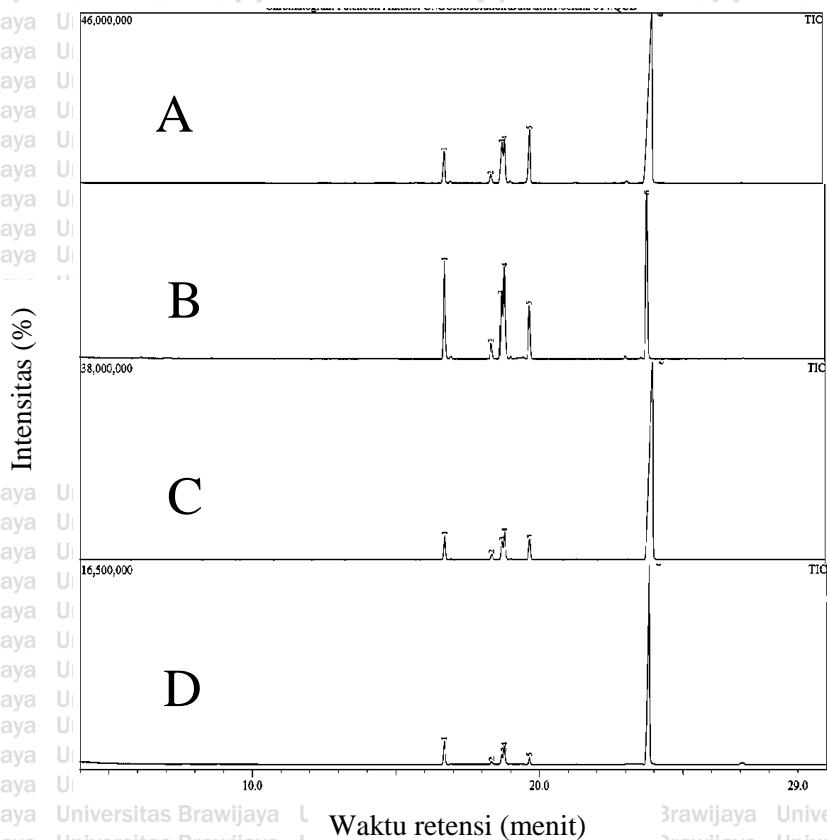
**Gambar 4.3** Persamaan Reaksi Sintesis Patcoulenil Asetat

#### 4.2.1 Penambahan Asam Asetat Glasial Secara Langsung (Metode A)

Pada esterifikasi patcouli alkohol dengan asam asetat glasial yang dilakukan secara langsung digunakan bantuan katalis zeolite dan tambahan energi dengan cara pengadukan. Dalam penelitian ini, pengadukan dilakukan selama 24 jam, 36 jam, dan 48 jam. Selama pengadukan, kristal patcouli alkohol berubah dari warna putih menjadi larut dan tidak berwarna. Fenomena ini menggambarkan bahwa asam asetat glasial tidak hanya bertindak sebagai reagen tetapi juga sebagai pelarut. Dalam reaksi ini, zeolit digunakan sebagai katalis, yaitu penyedia asam lewis. Setelah penambahan zeolite, campuran menjadi sedikit keruh karena zeolite tidak larut dalam larutan. Penambahan pelarut diklorometana yang sifatnya polar aprotik diharapkan dapat mensolvasi produk patcoulenil asetat yang terbentuk. Larutan jenuh natrium bikarbonat setelah reaksi selesai digunakan untuk menetralkan larutan.

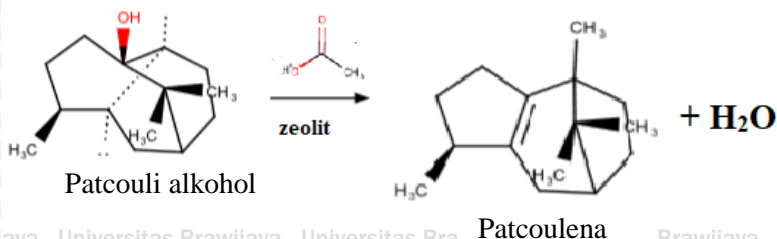
Hasil analisis dengan GC-MS terhadap produk hasil reaksi selama 24 jam, 36 jam, dan 48 jam disajikan dalam **Gambar 4.4**. Ketiganya memiliki puncak tertinggi yang teridentifikasi sebagai patcouli alkohol dengan waktu retensi patcouli alkohol pada variasi waktu pengadukan 24, 36, dan 48 jam berturut-turut 23,778; 23,968; dan 23,822 menit dengan persen area berturut-turut sebesar 49,09%, 89,25%, dan 87,60%. Secara umum, tampak bahwa semua TIC hasil reaksi pengadukan pada metode ini memiliki profil yang sama kecuali untuk pengadukan 24 jam kadar patcouli alkohol turun

sebesar 26,11%, sedangkan patcoulena meningkat sebesar 21,92%. Fakta ini memberi gambaran bahwa patcoulenil asetat tidak terbentuk tetapi dalam reaksi ini dihasilkan patcoulena sebagai hasil dehidrasi dari patcouli alkohol yang reaksinya dapat dilihat pada **Gambar 4.5**. Peranan asam asetat glasial dalam reaksi ini diduga juga bertindak sebagai katalis dengan menyumbangkan protonnya.



**Gambar 4.4** Kromatogram Total Ion (A) patcouli alkohol, (B) hasil pengadukan 24 jam, (C) hasil pengadukan 36 jam, (D) hasil pengadukan 48 jam.





**Gambar 4.5** Persamaan Reaksi Patcouli Alkohol menjadi Patcoulena

Patcoulena dengan kadar berbeda pada tiap variasi waktu pengadukan ditampilkan dalam **Tabel 4.2**. Komponen-komponen lain yang terbentuk pada waktu pengadukan 24 jam terbentuk adalah hexahydro-1-methyl-2H-azepine-2-thion. Pada pengadukan 36 jam terbentuk aromadendrena, dan pada 48 jam terbentuk (E)-2-dimethyl(phenyl)silyl-1-1-trimethylsilyl hexene. Hal ini menunjukkan bahwa patcouli alkohol tidak terkonversi menjadi patcoulenil asetat pada sintesis patcoulenil asetat dengan metode penambahan asam asetat glasial secara langsung dan katalis zeolit.. Data %rendemen dan %yield produk yang didapat menggunakan metode A ditampilkan dalam **Tabel 4.2**. Massa patcoulena teoritis digunakan untuk menghitung %yield. Produk yang didapatkan berwarna bening dan bertekstur seperti minyak serta memiliki bau seperti patcouli yang beraroma hard woody.

**Tabel 4.2** Produk Esterifikasi Patcouli Alkohol dengan Metode Penambahan Asam Asetat Glasial secara Langsung (Metode A)

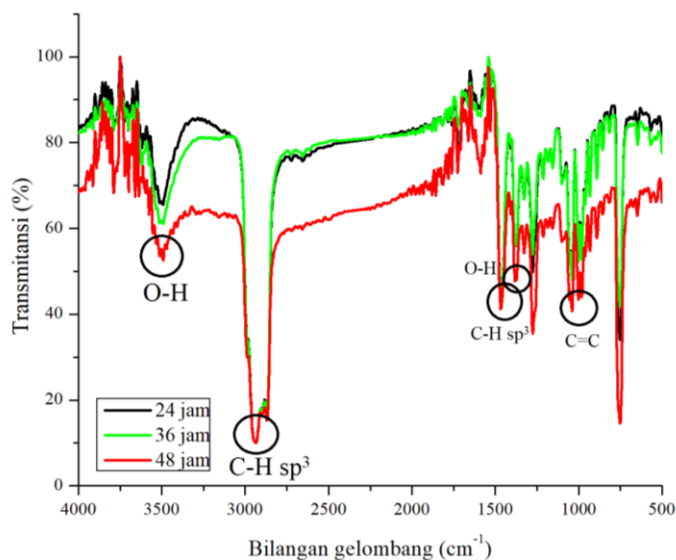
Waktu (jam)	Massa reaktan (AA+PA) (g)	Massa (g)	Kadar Patcoulena (%)	Rendemen (%)	Yield(%)
24	24,19	1,47	28,67	6,07	19,6
36	24,19	0,18	6,00	0,74	0,46
48	24,19	0,33	8,64	1,36	0,93

Keterangan:

AA : Asam asetat glasial

PA : Patcouli Alkohol

Hasil analisis produk ester metode A menggunakan FTIR berupa spectra IR yang ditampilkan pada **Gambar 4.6**. Ketiga spektra memiliki gugus OH yang di tunjukkan oleh regangan pada bilangan gelombang  $3492,85\text{ cm}^{-1}$ . Hal ini dikonfirmasi dengan informasi serapan tekukan O-H pada bilangan gelombang  $1300\text{ cm}^{-1}$ . Selain itu, ketiganya juga memiliki regangan C-H  $\text{sp}^3$  pada bilangan gelombang  $2935,46\text{ cm}^{-1}$ ;  $2902,67\text{ cm}^{-1}$ ;  $2869,88\text{ cm}^{-1}$  untuk 24 jam,  $2935,46\text{ cm}^{-1}$ ;  $2900,74\text{ cm}^{-1}$ ;  $2869,88\text{ cm}^{-1}$  untuk 36 jam, dan  $2937,38\text{ cm}^{-1}$ ;  $2900,74\text{ cm}^{-1}$ ;  $2869,88\text{ cm}^{-1}$  untuk 48 jam. Hal ini juga didukung oleh adanya tekukan C-H  $\text{sp}^3$  pada bilangan gelombang  $1463,87$ ;  $1463,87$ ; dan  $1467,73$  berturut-turut. Pada daerah sidik jari ditemukan tekukan C=C termonosubstitusi pada daerah  $1000-900\text{ cm}^{-1}$  di ketiganya. Profil spectra IR yang didapat pada semua variasi waktu tidak berbeda jauh antara satu dengan yang lainnya. **Gambar 4.6** menunjukkan bahwa serapan OH pada hasil pengadukan 48 jam lebih terlihat melebar daripada pada 24 jam dan 36 jam. Lebarnya serapan pada daerah tersebut berkaitan dengan serapan C-O alkohol yang lebih panjang dari dua serapan lainnya.



**Gambar 4.6** Spektrum FTIR Produk dengan Metode A

#### 4.2.2 Penambahan Asam Asetat Glisial secara Bertahap (Metode B)

Dalam reaksi ini digunakan katalis pasta  $\text{MgSO}_4$  yang diperoleh dengan menambahkan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  tetes demi tetes ke dalam  $\text{MgSO}_4$  sehingga membentuk pasta semi padat yang diikuti dengan penambahan pelarut diklorometana sambil diaduk. Selanjutnya, kedua reagen (asam asetat glisial dan patcouli alkohol) ditambahkan pada campuran sambil terus diaduk. Dengan pengadukan 24 jam, campuran mengalami perubahan warna secara cepat dari putih ke cokelat tua kemerahan. Reaksi dihentikan dengan menambahkan larutan jenuh natrium bikarbonat untuk melarutkan  $\text{MgSO}_4$  menghasilkan 2 fasa campuran, fasa organik berwarna kuning (bawah) sedangkan fasa airnya tidak berwarna (atas). Keduanya dipisahkan menggunakan corong pisah, fasa organik diambil, dipekatkan dengan menguapkan pelarut pada suhu ruang dan produk reaksi ditimbang massanya. Metode B dilakukan dengan 4 variasi perlakuan. Perbedaan pada empat perlakuan dapat dilihat pada **Tabel 4.3**. Massa, rendemen dan yield ditampilkan pada **Tabel 4.4**. Produk ester yang didapat memiliki warna kuning bening dan bertekstur seperti minyak. Produk juga memiliki bau seperti patcouli dengan sedikit bau asetat.

**Tabel 4.3 Sintesis Patcouli Asetat dengan Metode B**

mol PA (mmol)	Lama Pengadukan (jam)		%rendemen	%yield
	Penambahan AA (mmol)			
	I	II		
10,15	48	48	11.5	80.74
	24	24	13.68	99
	24	48	14.66	80.33
	48	24	9.94	68.06

Keterangan:

PA = Patcouli Alkohol

AA = Asam Asetat Glisial

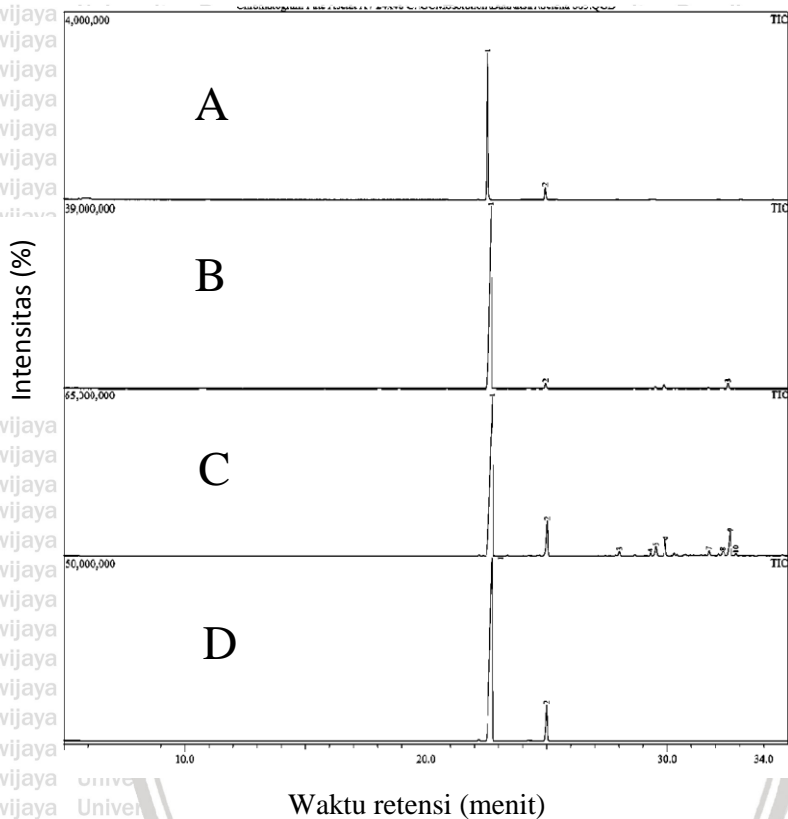
I = tahap penambahan asam asetat glisial pertama



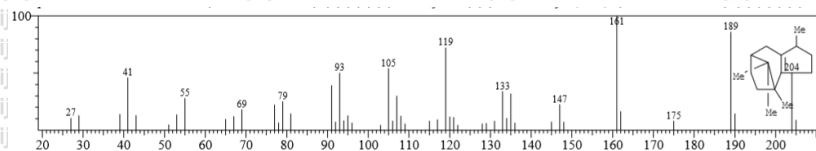
II = tahap penambahan asam asetat glasial kedua

Hasil analisis dengan GC-MS terhadap larutan hasil reaksi metode B disajikan dalam **Gambar 4.7**. Keempatnya memiliki puncak tertinggi dengan waktu retensi yang berbeda terhadap patcouli alkohol dan juga berbeda terhadap patcouleni. Spektra massa dari komponen ini seperti yang disajikan dalam **Gambar 4.8** dengan  $m/z$  204 diduga sebagai ion fragmen dari patcoulenil asetat yang terbentuk. Menurut Silverstein (1963) peak ion molekul pada ester sering kali berbeda. Karakteristik senyawa ester yang berbeda ini merupakan hasil dari reaksi penyusunan kembali McLafferty dan pemecahan satu ikatan dari  $C=O$  [41]. Ester dari patcouli alkohol merupakan senyawa yang tidak stabil sehingga ion molekulnya tidak terekam pada spektra massa.

Produk patcoulenil asetat dengan perlakuan 1 menunjukkan dua puncak dimana puncak tertingginya memiliki waktu retensi 22,548 menit dan %area sebesar 92,07%. Puncak tertinggi produk hasil perlakuan 2 memiliki waktu retensi 22,685 dan % area sebesar 96,87%. Puncak tertinggi produk hasil perlakuan 3 memiliki waktu retensi sebesar 22,756 menit dengan %area sebesar 72,30%. Puncak tertinggi produk hasil perlakuan 4 memiliki waktu retensi sebesar 22,730 menit dan %area sebesar 90,45. Senyawa lain yang teridentifikasi adalah sativena pada puncak nomor 2 dalam semua perlakuan. Pada perlakuan 3, terdapat beberapa senyawa lain yang tidak teridentifikasi di dalam perlakuan 1, 2, dan 4. Senyawa-senyawa tersebut dapat dilihat pada **lampiran D.7**.



**Gambar 4.7.** Kromatogram Total Ion pengadukan 48 jam (pertama), pengadukan 48 jam (kedua) (A), pengadukan 24 jam (pertama), pengadukan 24 jam (kedua) (B), pengadukan 24 jam (pertama), pengadukan 48 jam (kedua) (C), pengadukan 48 jam (pertama), pengadukan 24 jam (kedua) (D)



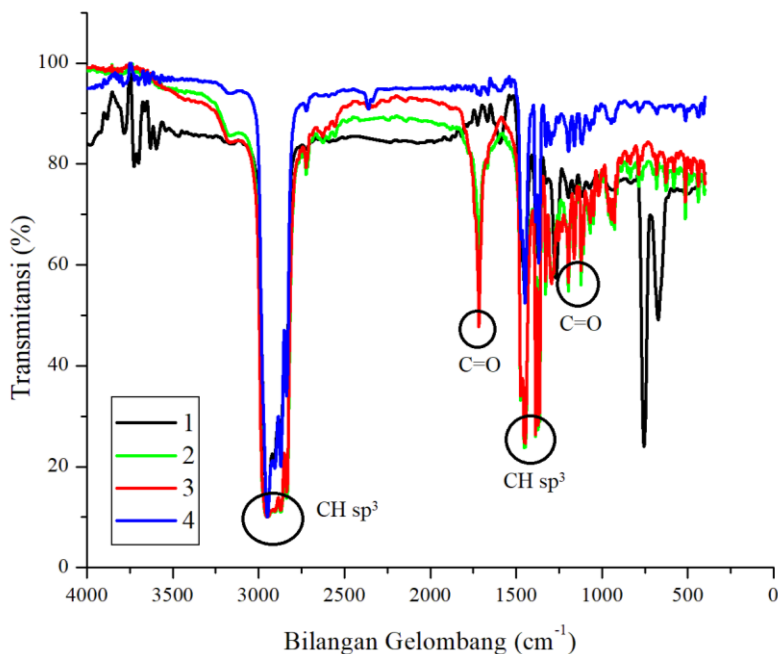
**Gambar 4.8.** Spektra Massa Fragmen Patcoulenil Asetat



Hasil analisis produk ester metode B menggunakan FTIR berupa spectra IR yang ditampilkan oleh **Gambar 4.9**. Berbeda dengan hasil karakterisasi FT-IR metode A, hasil yang didapat pada semua spectra IR masing-masing waktu pada metode B ini tidak menunjukkan serapan OH, baik regangan maupun tekukan. Hal ini mendukung data GC-MS bahwa tidak ada puncak yang teridentifikasi sebagai patcouli alkohol. Keempat spectra yang ada memiliki serapan regangan C-H  $sp^3$  pada bilangan gelombang 2900-an  $cm^{-1}$ . Tekukan C-H  $sp^3$  juga terdeteksi pada bilangan gelombang 1400-an  $cm^{-1}$ . Hal yang membedakan diantara keempatnya adalah pada spectra IR perlakuan 2 dan 3 terdapat serapan regangan gugus karbonil (C=O) ester sedangkan pada spectra IR perlakuan 1 dan 4 tidak ada. Selain itu, serapan regangan C-O pada daerah 1300-an  $cm^{-1}$  yang lebih besar pada spectra IR perlakuan 2 dan 3 daripada 1 dan 4. Data spectra IR yang dihasilkan menginformasikan bahwa senyawa patcoulenil asetat terbentuk pada perlakuan 2 dan 3 atau perlakuan dengan waktu pengadukan pertama selama 24 jam. Pada perlakuan ini, data spectra IR menunjukkan serapan gugus karbonil (C=O) ester yang khas yaitu didaerah 1700  $cm^{-1}$ -an.







**Gambar 4.9** Spektrum FTIR Patcoulenil Asetat dengan Metode B

Keterangan:

Perlakuan 1: pengadukan 48 jam (pertama), pengadukan 48 jam (kedua)

Perlakuan 2: pengadukan 24 jam (pertama), pengadukan 24 jam (kedua)

Perlakuan 3: pengadukan 24 jam (pertama), pengadukan 48 jam (kedua)

Perlakuan 4: pengadukan 48 jam (pertama), pengadukan 24 jam (kedua)

**Tabel 4.4 Tabulasi Gugus Fungsi Produk Esterifikasi dengan Metode B**

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )			
	Perlakuan 1	Perlakuan 2	Perlakuan 3	Perlakuan 4
Regangan C-H sp <sup>3</sup>	2908,45	2948,96; 2925,81	2948,96; 2923,88	2948,96; 2904,60
Regangan C=O ester		1716,53	1716,53	
Tekukan C-H sp <sup>3</sup>	1448,44	1446,51	1446,51	1448,44
Regangan C-O ester	1269,07	1294,15; 1280,65	1294,15; 1280,65	1280,65

**Keterangan:**

Perlakuan 1: pengadukan 48 jam (pertama), pengadukan 48 jam (kedua)

Perlakuan 2: pengadukan 24 jam (pertama), pengadukan 24 jam (kedua)

Perlakuan 3: pengadukan 24 jam (pertama), pengadukan 48 jam (kedua)

Perlakuan 4: pengadukan 48 jam (pertama), pengadukan 24 jam (kedua)





## BAB V PENUTUP

### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dapat diketahui bahwa :

1. Patcoulenil asetat dapat dibuat dari patcouli alkohol melalui pembentukan patcoulena dengan metode penambahan asam asetat secara bertahap dengan waktu pengadukan pertama 24 jam; kedua 24 jam dan waktu pengadukan pertama 24 jam; kedua 48 jam.
2. Waktu pengadukan optimum reaksi esterifikasi patcouli alkohol dengan asam asetat glasial terjadi pada perngadukan pertama 24 jam; kedua 24 jam dengan %yield 99% dan %rendemen 13.68% dan pengadukan pertama 24 jam' kedua 48 jam dengan %yield 80.33% dan %rendemen 14.66%.
3. Penggunaan katalis pasta  $\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$  dalam sintesis patcoulenil asetat lebih efektif dibandingkan katalis zeolite.

### 5.2 Saran

Perlu adanya kajian lebih dalam mengenai metode yang efektif untuk melakukan esterifikasi patcouli alkohol. Selain itu, perlu adanya penelitian dengan variasi pelarut, sumber gugus asil, dan katalis yang digunakan.



## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Kardinan, A. (2005). **Tanaman Penghasil Minyak Atsiri**. Penerbit Agromedia.
- [2] Rusli, M. S. (2010). **Sukses Memproduksi Minyak Atsiri**. Penerbit Agromedia.
- [3] Rukmana, H. R. (2004). **Nilam: Prospek Agribisnis dan Teknik Budi Daya**. Penerbit Kanisius.
- [4] Sundaresan V., Singh. S. P., Mishra, A.N., Shasany, A. K., Darokar, M. P., Kalra, A., & Naqvi, A. A. (2009). **Composition and Comparison of Essential Oils of Pogostemon cablin (Blanco) Benth. (Patchouli) and Pogostemon travancoricus Bedd. var. travancoricus**. Journal of Essential Oil Research 21(3), 220-222. doi: 10.1080/10412905.2009.9700152
- [5] Su, Z. Q., Wu, X. L., Bao, M. J., Li, C. W., Kong, S. Z., Su, Z. R., & Chen, J. N. (2014). **Isolation of (-)-patchouli alcohol from patchouli oil by fractional distillation and crystallization**. Tropical Journal of Pharmaceutical Research, 13(3), 359-363. doi: 10.4314/tjpr.v13i3.7
- [6] Wati, N. F. N. (2014). **Peningkatan Kualitas Minyak Nilam Melalui Proses Adsorpsi Menggunakan Adsorben  $\Gamma$ -Alumina Dengan Sistem Flow**. IJCR (Indonesian Journal of Chemical Research), 2(1), 84-95. 10.20885/ijcr.vol1.iss2.art10
- [7] Krismawati, A. (2005). **Nilam dan Potensi pengembangannya Kalteng jadikan komoditas rintisan**. Tabloid Sinar Tani. Kalimantan.
- [8] Bhatia, S. P., Letizia, C. S., & Api, A. M. (2008). **Fragrance material review on patchouli alcohol**. Food and Chemical Toxicology, 46(11), S255-S256. doi: 10.1016/j.fct.2008.06.069
- [9] Husna, Y. A., & El, N. (2014). **Esterifikasi Fraksi Minyak Nilam Hasil Isolasi Dari Tanaman Nilam (Pogostemon Cablin) Dengan Asetat Anhidrida**. Prosiding Seminar dan Lokakarya Nasional FKPT-TPI, Universitas Riau, Riau.
- [10] Rachmayanti, R. (2016). **ASETILASI PATCHOULI ALKOHOL MINYAK NILAM (Patchouli oil) DENGAN KATALIS ZEOLIT BETA TERMODIFIKASI (Skripsi)**. Universitas Negeri Semarang, Semarang.



- [11] Büchi, G., Erickson, R. E., & Wakabayashi, N. (1961). **Terpenes. XVI.1,2 Constitution of Patchouli Alcohol and Absolute Configuration of Cedrene.** Journal of the American Chemical Society, 83(4), 927–938. doi:10.1021/ja01465a042
- [12] Hapsari, F. R., Utomo, E. P., & Ulfa, S. M. (2014). **STUDI MOLEKUL ODORANT DARI TURUNAN ESTER ASETAT BERDASARKAN KAJIAN IN SILICO DAN IN VITRO.** Jurnal Ilmu Kimia Universitas Brawijaya, 1(2), pp-161.
- [13] Suslick, K. S. (1998). **Kirk-Othmer encyclopedia of chemical technology (4th ed.).** New York, NY, USA: John Wiley&Sons.
- [14] Wright, S. W., Hageman, D. L., Wright, A. S., & McClure, L. D. (1997). **Convenient preparations of t-butyl esters and ethers from t-butanol.** Tetrahedron letters, 38(42), 7345-7348. doi: 10.1016/S0040-4039(97)01792-9
- [15] Gainsford, G. J., Hosie, C. F., & Weston, R. J. (2001). **Conversion of  $\alpha$ -pinene to terpinyl acetate over H-beta zeolites.** Applied Catalysis A: General, 209(1-2), 269-277.
- [16] Mangun, H. M. S., & Waluyo, H. (2008). **Nilam.** Penebar Swadaya Grup.
- [17] Kardinan, I. A., & Mauludi, L. (2004). **Nilam; Tanaman Beraroma Wangi untuk Industri Parfum & Kosmetik.** AgroMedia.
- [18] Bustaman, S. (2008). **Prospek pengembangan minyak pala banda sebagai komoditas ekspor Maluku.** Jurnal Litbang Pertanian, 27(3), 93-98.
- [19] Bota, W., Martosupono, M., & Rondonuwu, F. S. (2015). **Karakterisasi Produk-produk Minyak Sereh Wangi (Citronella Oil) Menggunakan Spektroskopi Inframerah Dekat (Nirs).** Prosiding Semnastek.
- [20] Sulaswati, A., & Agustian, E. (2014). **Nilai Tambah Minyak Akar Wangi Dengan Pemekatan Kadar Vetiverol Menggunakan Ekstraksi Co2 Fluida Superkritik.** Jurnal Kimia Terapan Indonesia, 16(2).
- [21] Prianto, H., Retnowati, R., & Juswono, U. P. (2013). **Isolasi dan karakterisasi dari minyak bunga cengkeh (Syzygium aromaticum) kering hasil distilasi uap.** Jurnal Ilmu Kimia Universitas Brawijaya, 1(2), pp-269.



- [22] Rachmawati, R. C., Retnowati, R., & Juswono, U. P. (2013). **ISOLASI MINYAK ATSIRI KENANGA (*Cananga odorata*) MENGGUNAKAN METODE DISTILASI UAP TERMODIFIKASI**. Jurnal Ilmu Kimia Universitas Brawijaya, 1(2), pp-276.
- [23] Hariyani, H., Widaryanto, E., & Herlina, N. (2015). **Pengaruh Umur Panen Terhadap Rendemen Dan Kualitas Minyak Atsiri Tanaman Nilam (*Pogostemon Cablin Benth.*)**. Jurnal Produksi Tanaman, 3(3).
- [24] Fessenden, R.J. Fessenden, J.S. (1981). **Organic Chemistry**, Willard Grant Press, Massachusetts, 189-193, 276-278, 584-586.
- [25] Damayanti, P. N., & Budimarwanti, C. (2016). **SINTESIS SITRONELEL FORMIAT MELALUI REAKSI ESTERIFIKASI FISCHER ANTARA ASAM FORMIAT DAN SITRONELOL HASIL REDUKSI SITRONELEL**. Jurnal Kimia Dasar, 5(4).
- [26] Machado, J. R., Pereira, G. N., de Oliveira, P. D. S., Zenevici, M. C., Lerin, L., de Oliveira, R. D. R. B., ... & de Oliveira, D. (2017). **Synthesis of eugenyl acetate by immobilized lipase in a packed bed reactor and evaluation of its larvicidal activity**. Process Biochemistry, 58, 114-119.
- [27] Wang, L., Chen, G., Tang, J., Ming, M., Jia, C., & Feng, B. (2019). **Continuous biosynthesis of geranyl butyrate in a circulating fluidized bed reactor**. Food Bioscience, 27, 60-65.
- [..] Pinto, A.C., Guarieiro, L.L.N., Rezende, M.J.C., Ribeiro, N.M., Torres, E.A., Lopes, W.A., de P Pereira, P.A & de Andrade, J.B. 2005. **Biodiesel: An overview**. Braz Chem Soc 16(6B): 1313-1330.
- [29] Antasari, F. A., 2018, **Studi Sintesis Patchouli Asetat melalui Pembentukan Alkoksida dari Patchouli Alkohol (Skripsi)**, Universitas Brawijaya, Malang
- [30] Wang, Y., & Linko, Y. Y. (1995). **Lipase-catalyzed enantiomeric synthesis of citronellyl butyrate**. Journal of fermentation and bioengineering, 80(5), 473-477.
- [31] Badgujar, K. C., & Bhanage, B. M. (2014). **Application of lipase immobilized on the biocompatible ternary blend polymer matrix for synthesis of citronellyl acetate in non-aqueous media: kinetic modelling study**. Enzyme and microbial technology, 57, 16-25.

[32] Avilla, M. C., Comelli, N. A., Firpo, N. H., Ponzi, E. N., & Ponzi, M. I. (2008). **Hydration and Acetylation of Limonene: Supported Heteropolyacids**. *Journal of the Chilean Chemical Society*, 53(1), 1449-1451.

[33] Nirwana, Irdoni, H. S., & Miharyono, J. (2015). **PENGARUH WAKTU REAKSI DAN RASIO MOL ASAM LINOLEAT DENGAN ISOPROPANOL PADA SINTESA PLASTISIZER ISOPROPIL LINOLEAT**. *Jurnal Riset Kimia*, 9(1), 19.

[34] Kartika, D., & Widyaningsih, S. (2012). **Konsentrasi katalis dan suhu optimum pada reaksi esterifikasi menggunakan katalis zeolit alam aktif (ZAH) dalam pembuatan biodiesel dari minyak jelantah**. *Jurnal Natur Indonesia*, 14(3).

[35] Marchetti, J. M., & Errazu, A. F. (2008). **Comparison of different heterogeneous catalysts and different alcohols for the esterification reaction of oleic acid**. *Fuel*, 87(15-16), 3477-3480.

[36] Hoydonckx, H. E., De Vos, D. E., Chavan, S. A., & Jacobs, P. A. (2004). **Esterification and transesterification of renewable chemicals**. *Topics in Catalysis*, 27(1-4), 83-96.

[37] Corma, A., Garcia, H., Iborra, S., & Primo, J. (1989). Modified faujasite zeolites as catalysts in organic reactions: **Esterification of carboxylic acids in the presence of HY zeolites**. *Journal of Catalysis*, 120(1), 78-87. doi: 10.1016/0021-9517(89)90252-2

[38] Helwani, Z., Othman, M. R., Aziz, N., Kim, J., & Fernando, W. J. N. (2009). **Solid heterogeneous catalysts for transesterification of triglycerides with methanol: a review**. *Applied Catalysis A: General*, 363(1-2), 1-10. doi: 10.1016/j.apcata.2009.05.021

[39] Lee, S. G., & Park, J. H. (2003). **Metallic Lewis acids-catalyzed acetylation of alcohols with acetic anhydride and acetic acid in ionic liquids: study on reactivity and reusability of the catalysts**. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 194(1-2), 49-52.

[40] Virgine, K. A. (2008). **Sintesis Parasetamol dari p-aminofenol dan Asam Asetat Glasial menggunakan Katalis Berbasis Bentonit Alam**. (Skripsi). Universitas Indonesia, Jakarta.





[41] Silverstein, Robert M., Webster, Francis X., Kiemle, David J. (1963). **Spectrometric Identification of Organic Compounds 4<sup>th</sup> Edition**. John Wiley&Sons, inc., New York.

[42] Hu, L. F., Li, S. P., Cao, H., Liu, J. J., Gao, J. L., Yang, F. Q., & Wang, Y. T. (2006). **GC–MS fingerprint of Pogostemon cablin in China**. *Journal of pharmaceutical and biomedical analysis*, 42(2), 200–206.

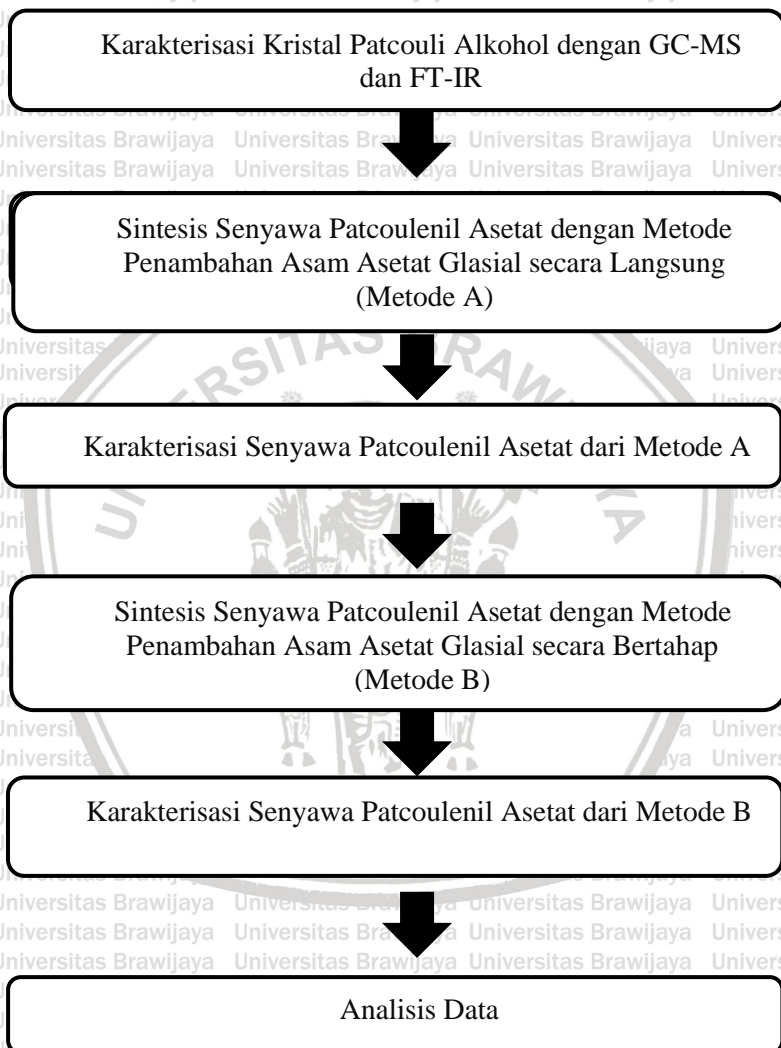




## LAMPIRAN

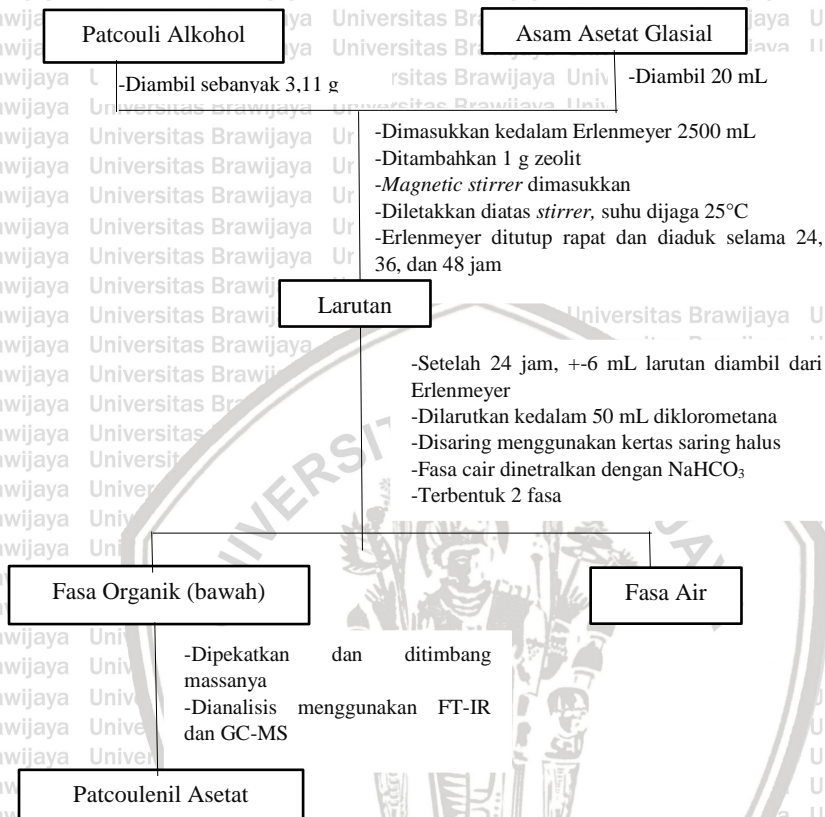
### LAMPIRAN A. SKEMA KERJA

#### A.1 Diagram Alir Penelitian

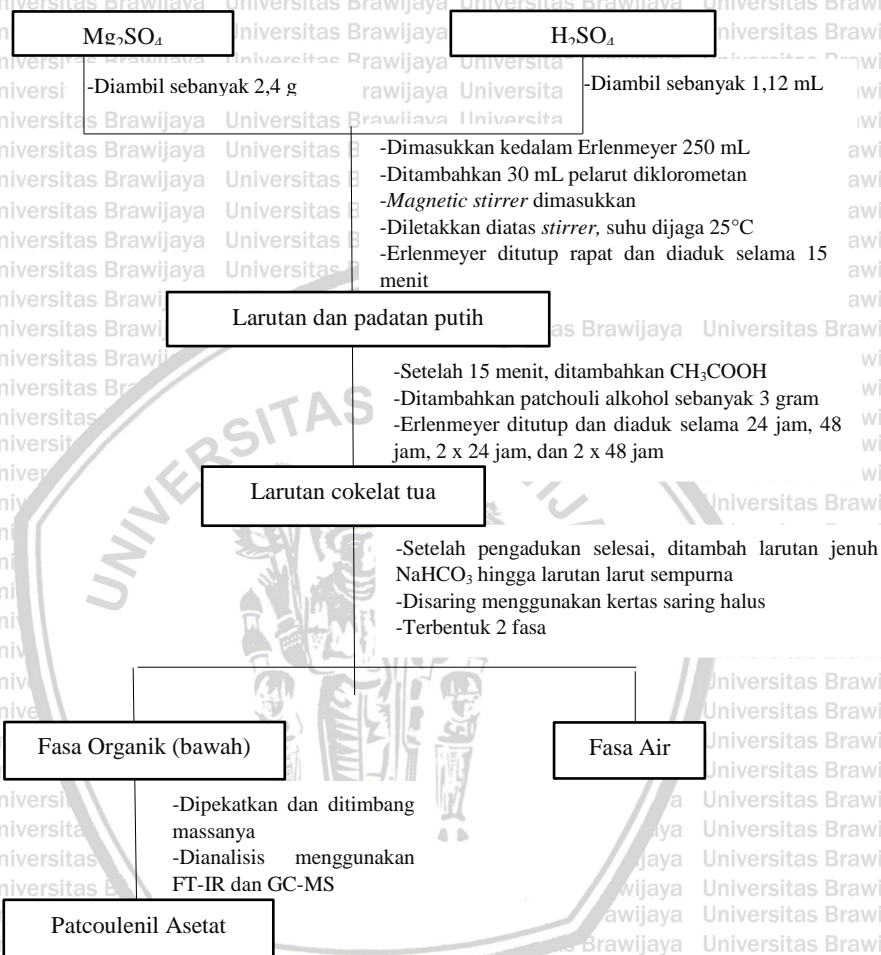




## A.2 Diagram Alir Sintesis Patcoulenil Asetat Metode A



### A.3 Diagram Alir Sintesis Patcoulenil Asetat Metode B



## LAMPIRAN B. PERHITUNGAN

### B.1 Perhitungan Mol Kristal Patcouli Alkohol Metode A

Massa molekul relative = 222,372 g/mol

Kadar patcouli = 75,20%

Massa patcouli

$$= \text{mol patcouli} \times \text{Mr patcouli} \times \frac{1}{\text{kadar patcouli}}$$

$$= 0,0105 \text{ mol} \times 222,372 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times \frac{100}{75,2} = 3,11 \text{ g}$$

### B.2 Perhitungan Volume Asam Asetat Glasial (1:33)

1 mol asam asetat glasial (AA) = 33 mol patcouli alkohol

$$= 0,0105 \text{ mol} \times 33 = 0,35 \text{ mol}$$

Massa jenis (AA) = 1,05 g/mL

Massa molekul relative (AA) = 60,05 g/mol

Massa (AA) = mol x Mr

$$= 0,35 \text{ mol} \times 60,05 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$$

$$= 21,01 \text{ g}$$

Kadar asam asetat = 99,7%

$$\text{Massa AA pekat} = \frac{\text{massa AA}}{\text{kadar AA}}$$

$$= \frac{100}{99,7} \times 21,01 \text{ g}$$

$$= 21,08 \text{ g}$$

$$\text{Volume} = \frac{\text{Massa AA reaksi}}{\text{Massa jenis}} = \frac{21,08 \text{ g}}{1,05 \text{ g/mL}} = 20,07 \text{ mL}$$

### B.3 Perhitungan Mol Kristal Patcouli Alkohol Metode B

Massa molekul relative = 222,372 g/mol

Kadar patcouli = 75,20%

Mol yang diperlukan = 10,15 mmol = 0,01015 mol



*Massa patcoulol*

$$= \text{mol patcoulol} \times \text{Mr patcoulol} \times \frac{1}{\text{kadar patcoulol}}$$

$$= 0,01015 \text{ mol} \times 222,372 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times \frac{100}{75,2} = 3,00 \text{ g}$$

#### B.4 Perhitungan Mol Asam Asetat Glasial Metode B (47,25 mmol)

Massa jenis (AA) = 1,05 g/mL

Massa molekul relative (AA) = 60,05 g/mol

*Massa (AA) = mol x Mr*

$$= 0,04725 \text{ mol} \times 60,05 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$$

$$= 2,837 \text{ g}$$

Kadar asam asetat = 99,7%

$$\text{Massa AA pekat} = \frac{\text{massa AA}}{\text{kadar AA}}$$

$$= \frac{100}{99,7} \times 2,837 \text{ g}$$

$$= 2,84 \text{ g}$$

$$\text{Volume} = \frac{\text{Massa AA reaksi}}{\text{Massa jenis}} = \frac{2,84 \text{ g}}{1,05 \text{ g/mL}} = 2,7 \text{ mL}$$

Pada pengadukan kedua, asam asetat glasial yang ditambahkan sebanyak 10 mL.

$$\text{Massa AA reaksi} = \text{volume} \times \text{massa jenis} = 10 \text{ mL} \times 1,05 \frac{\text{g}}{\text{mL}}$$

$$= 10,5 \text{ g}$$

$$\text{Massa AA} = \text{massa AA pekat} \times \text{kadar AA} = 10,5 \text{ g} \times 99,7\%$$

$$= 10,46 \text{ g}$$

$$\text{Mol AA} = \frac{\text{massa AA}}{\text{Mr AA}} = \frac{10,46 \text{ g}}{60,05 \text{ g/mol}} = 0,175 \text{ mol} = 175 \text{ mmol}$$

### B.5 Perhitungan Mol $\text{H}_2\text{SO}_4$ (20,25 mmol)

Massa jenis (AS) = 1,84 g/mL

Massa molekul relative (AS) = 98 g/mol

Massa (AS) =  $mol \times Mr$

$$= 0,02025 \text{ mol} \times 98 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$$

$$= 1,98 \text{ g}$$

Kadar asam sulfat pekat = 96%

$$\text{Massa AS pekat} = \frac{\text{massa AS}}{\text{kadar AS}}$$

$$= \frac{100}{96} \times 1,98 \text{ g}$$

$$= 2,06 \text{ g}$$

$$\text{Volume} = \frac{\text{Massa AS reaksi}}{\text{Massa jenis}} = \frac{2,06 \text{ g}}{1,84 \text{ g/mL}} = 1,12 \text{ mL}$$

### B.6 Perhitungan Mol $\text{MgSO}_4$ (20,25 mmol)

Massa molekul relative = 120 g/mol

Massa (AA) =  $mol \times Mr$

$$= 0,02025 \text{ mol} \times 120 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$$

$$= 2,4 \text{ g}$$

### B.7 Perhitungan %Rendemen Metode A

$$\% \text{rendemen 24 jam} = \frac{\text{massa patcoulena}}{\text{massa pereaksi}} \times 100\%$$

$$= \frac{1,47 \text{ g}}{3,11 \text{ g} + 21,08 \text{ g}} \times 100\% = 6,07\%$$

$$\% \text{rendemen 36 jam} = \frac{\text{massa patcoulena}}{\text{massa pereaksi}} \times 100\%$$

$$= \frac{0,18 \text{ g}}{3,11 \text{ g} + 21,08 \text{ g}} \times 100\% = 0,74\%$$



$$\begin{aligned}\%rendemen\ 48\ jam &= \frac{\text{massa patcoulena}}{\text{massa pereaksi}} \times 100\% \\ &= \frac{0,33\ g}{3,11 + 21,08g} \times 100\% = 1,36\%\end{aligned}$$

### B.8 Perhitungan %Rendemen Metode B

$$\begin{aligned}\%rendemen\ perlakuan\ 1 &= \frac{\text{massa patcouli asetat}}{\text{massa pereaksi}} \times 100\% \\ &= \frac{1,88g}{3,0\ g + 2,83\ g + 10,46\ g} \times 100\% \\ &= \frac{1,88\ g}{16,297\ g} \times 100\% = 11,5\%\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\%rendemen\ perlakuan\ 2 &= \frac{\text{massa patcouli asetat}}{\text{massa pereaksi}} \times 100\% \\ &= \frac{2,23g}{3,0\ g + 2,83\ g + 10,46\ g} \times 100\% \\ &= \frac{2,23\ g}{16,297\ g} \times 100\% = 13,68\%\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\%rendemen\ perlakuan\ 3 &= \frac{\text{massa patcouli asetat}}{\text{massa pereaksi}} \times 100\% \\ &= \frac{2,39g}{3,0\ g + 2,83\ g + 10,46\ g} \times 100\% \\ &= \frac{2,39\ g}{16,297\ g} \times 100\% = 14,66\%\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\%rendemen\ perlakuan\ 4 &= \frac{\text{massa patcouli asetat}}{\text{massa pereaksi}} \times 100\% \\ &= \frac{1,62g}{3,0\ g + 2,83\ g + 10,46\ g} \times 100\% \\ &= \frac{1,62\ g}{16,297\ g} \times 100\% = 9,94\%\end{aligned}$$



## B.9 Perhitungan %Yield Metode A

Massa molekul Patcoulena = 204 g/mol

$$\text{Massa hasil teoritis} = 0,0105 \text{ mol} \times 204 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 2,142 \text{ g}$$

% yield 24 jam

$$\begin{aligned} &= \frac{\text{kadar patcoulena} \times \text{massa hasil penelitian}}{\text{massa teoritis}} \times 100\% \\ &= \frac{28,67\% \times 1,47 \text{ g}}{2,142 \text{ g}} \times 100\% = 19,6\% \end{aligned}$$

% yield 36 jam

$$\begin{aligned} &= \frac{\text{kadar patcoulena} \times \text{massa hasil penelitian}}{\text{massa teoritis}} \times 100\% \\ &= \frac{6,00\% \times 0,18 \text{ g}}{2,142 \text{ g}} \times 100\% = 0,46\% \end{aligned}$$

% yield 48 jam

$$\begin{aligned} &= \frac{\text{kadar patcoulena} \times \text{massa hasil penelitian}}{\text{massa teoritis}} \times 100\% \\ &= \frac{8,64\% \times 0,33 \text{ g}}{2,142 \text{ g}} \times 100\% = 0,93\% \end{aligned}$$

## B.10 Perhitungan %Yield Metode B

Massa molekul Patcoulena = 204 g/mol

$$\text{Massa hasil teoritis} = 0,0105 \text{ mol} \times 204 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 2,142 \text{ g}$$

% yield 24 perlakuan A

$$\begin{aligned} &= \frac{\text{kadar patcoulena} \times \text{massa hasil penelitian}}{\text{massa teoritis}} \times 100\% \\ &= \frac{92,07\% \times 1,88 \text{ g}}{2,142 \text{ g}} \times 100\% = 80,74\% \end{aligned}$$

% yield 24 perlakuan B

$$= \frac{\text{kadar patcoulena} \times \text{massa hasil penelitian}}{\text{massa teoritis}} \times 100\%$$

$$= \frac{96,0\% \times 2,23 \text{ g}}{2,142 \text{ g}} \times 100\% = 99,0\%$$

% yield 24 perlakuan C

$$= \frac{\text{kadar patcoulena} \times \text{massa hasil penelitian}}{\text{massa teoritis}} \times 100\%$$

$$= \frac{72,0\% \times 2,39 \text{ g}}{2,142 \text{ g}} \times 100\% = 80,33\%$$

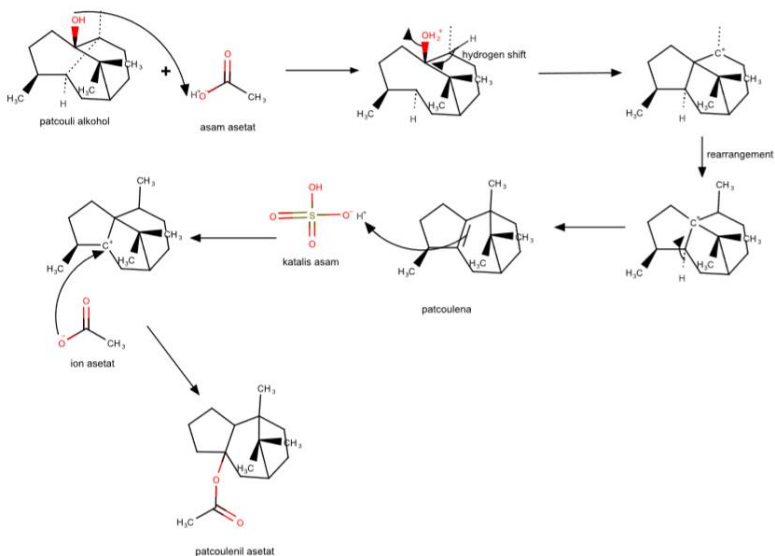
% yield 24 perlakuan D

$$= \frac{\text{kadar patcoulena} \times \text{massa hasil penelitian}}{\text{massa teoritis}} \times 100\%$$

$$= \frac{90,0\% \times 1,62 \text{ g}}{2,142 \text{ g}} \times 100\% = 68,06\%$$

## LAMPIRAN C. MEKANISME REAKSI DAN FRAGMENTASI

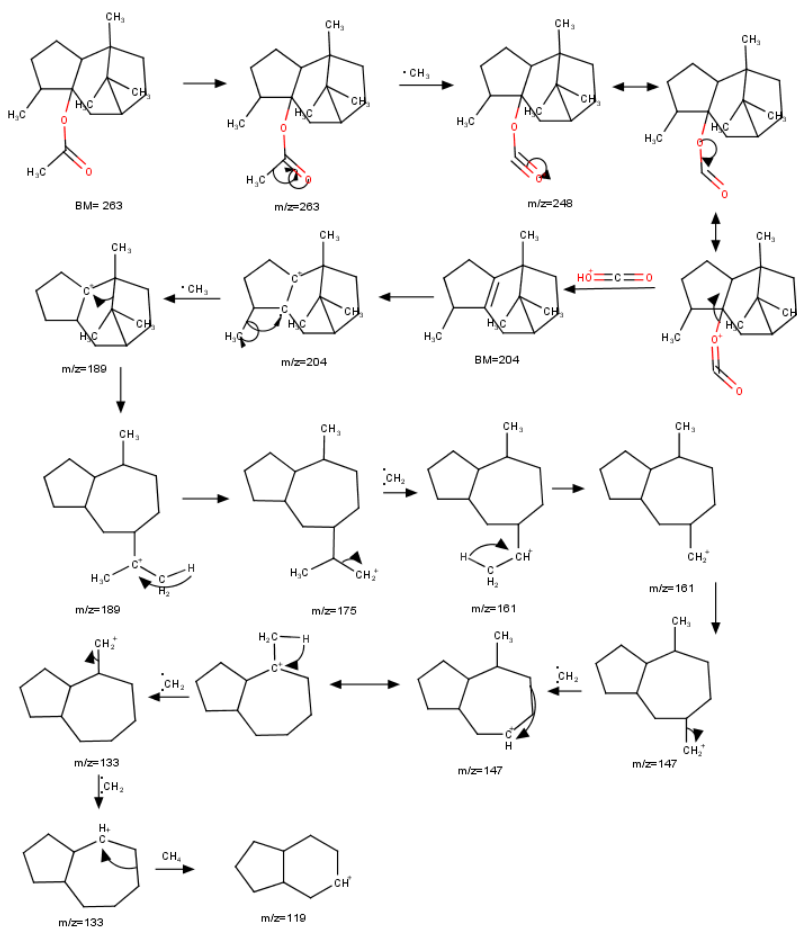
### C.1 Mekanisme Reaksi Sintesis Patcoulenil Asetat





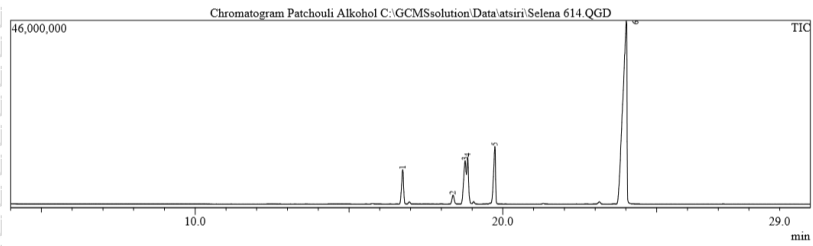


## C.2 Mekanisme Fragmentasi Senyawa Patcoulenil Asetat



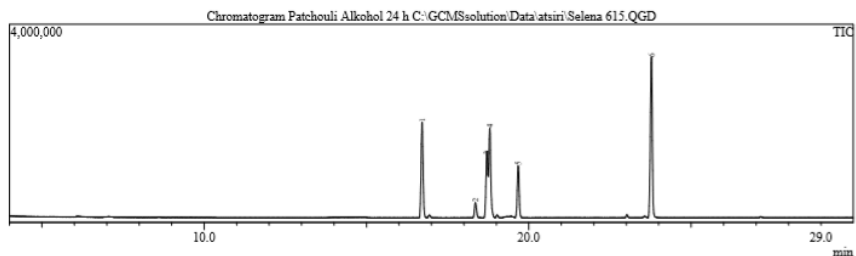


LAMPIRAN D. DATA HASIL GC-MS  
D.1 TIC Patchouli Alkohol



No. Puncak	Waktu Retensi	Pola Fragmentasi (m/z)	%Area	Perkiraan Nama Senyawa
1	16,746	27, 41, 55, 69, 79, 93, 105, 119, 133, 147, 161, 175, 189, 204	6,75	SI: 94 β-patcoulen
2	18,378	51, 55, 67, 79, 93, 107, 122, 133, 147, 161, 175, 189, 204	1,62	SI: 93 Seychellene
3	18,771	21, 41, 55, 69, 79, 93, 107, 119, 135, 147, 161, 175, 189, 204	2,57	SI: 90 α-patcoulene
4	18,858	27, 41, 55, 67, 81, 91, 105, 119, 133, 147, 161, 175, 189, 204	2,93	SI: 89 α-gurjunene
5	19,741	27, 41, 55, 67, 81, 91, 107, 121, 133, 147, 161, 175, 189, 204	10,93	SI: 92 armoadendrene
6	24,012	27, 41, 59, 83, 95, 98, 125, 138, 147, 161, 179, 189, 207, 222	75,20	SI: 95 Patchouli alkohol

## D.2 TIC Produk Esterifikasi 24 jam

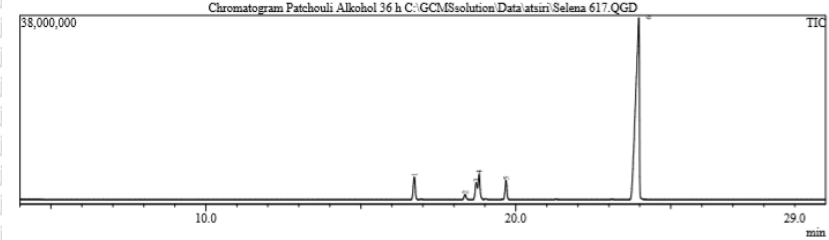


No. Puncak	Waktu Retensi	Pola Fragmentasi (m/z)	%Area	Perkiraan Nama Senyawa
1	16,713	27, 41, 55, 69, 79, 93, 105, 119, 133, 147, <b>161</b> , 175, <b>189</b> , 204	28,67	SI: 94 β-patcoulen
2	18,357	51, 55, 67, 79, 93, 107, <b>122</b> , 133, 147, 161, 175, 189, 204	1,77	SI: 92 Seychellene
3	18,700	110, 111, 128, <b>145</b>	5,05	SI: 65 Hexahydro-1-methyl-2H-azepine-2-thione
4	18,797	40, 41, 55, 67, 79, 93, <b>105</b> , <b>121</b> , 133, 147, <b>161</b> , 175, 189, 204	10,21	SI: 89 α-gurjunene
5	19,672	29, <b>41</b> , 55, 69, 79, 105, 119, 133, 147, 161, 175, 189, 204	15,31	SI: 92 aromadendrene
6	23,778	27, <b>41</b> , 43, 67, 83, 95, 98, 125, 138, 161, 179, 207, <b>222</b>	49,09	SI: 93 Patchouli alkohol



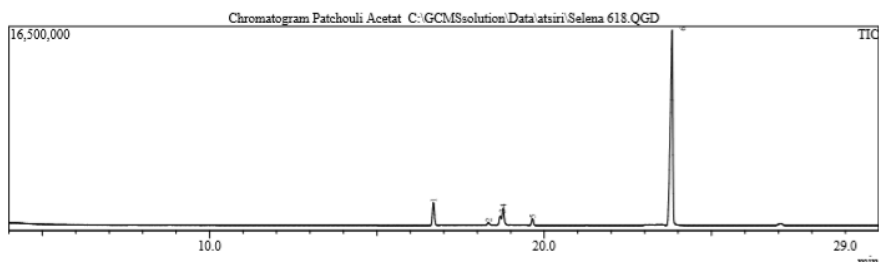


D.3 TIC Produk Esterifikasi 36 jam



No.	Waktu Retensi	Pola Fragmentasi (m/z)	% Area	Perkiraan Nama Senyawa
1	16,725	27, 41, 55, 69, 79, 91, 105, <b>119</b> , 133, 147, <b>161</b> , 175, <b>189</b> , 204	6,00	SI: 94 β-patcoulen
2	18,364	51, 55, 67, 79, 93, 107, <b>122</b> , 133, 147, 161, 175, 189, 204	1,20	SI: 93 Seychellene
3	18,725	27, 41, 55, 69, 79, 93, 107, 119, <b>135</b> , 147, 161, 175, 189, 204	1,68	SI: 90 α-patcoulene
4	18,816	27, 41, 55, 67, 81, 91, 107, 121, 133, 147, <b>161</b> , 175, 189, <b>204</b>	-2,44	SI: 89 α-gurjunene
5	19,685	27, 41, 55, 67, 81, 91, 107, <b>121</b> , 133, <b>161</b> , 175, 189, <b>204</b>	4,32	SI: 92 aromadendrene
6	23,968	27, 41, 69,, <b>83</b> , <b>95</b> , <b>98</b> , 125, 138, 147, 161, 179, 189, 207, <b>222</b>	89,25	SI: 94 Patchouli alkohol

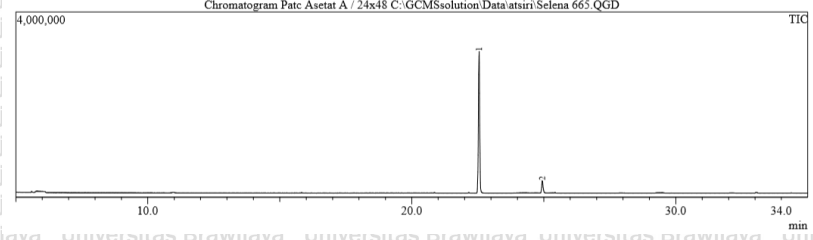
## D.4 TIC Produk Esterifikasi 48 jam



No. Puncak	Waktu Retensi	Pola Fragmentasi (m/z)	%Area	Perkiraan Nama Senyawa
1	16,689	27, 41, 55, 69, 79, 93, 105, 119, 133, 147, <b>161</b> , 189, 204	8,64	SI: 94 β-patcoulen
2	18,336	51, 55, 67, 79, 93, 107, 122, 133, 147, 161, 175, 189, 204	0,90	SI: 91 Seychellene
3	18,750	74, 135, 277, 290, 294	0,49	SI: 71 (E)-2-dimethyl(phenyl)silyl-1-1-trimethylsilyl hexene
4	18,774	39, <b>41</b> , 55, 69, 77, 91, 105, 119, 133, 147, <b>161</b> , 175, 189, <b>204</b>	0,06	SI: 89 α-gurjunene
5	19,649	27, <b>41</b> , 55, 67, 81, 91, 107, 121, 133, 147, <b>161</b> , 175, <b>189</b> , <b>204</b>	2,32	SI: 92 patcoulene
6	23,822	27, <b>41</b> , 43, 67, 83, 95, 98, 125, 138, 161, 179, 207, <b>222</b>	87,60	SI: 94 Patchouli alkohol

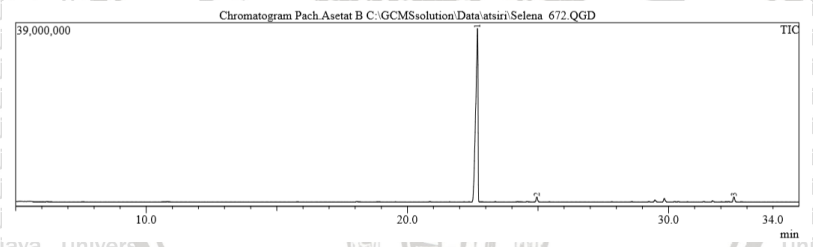


### D.5 TIC Produk Esterifikasi Perlakuan 1



No. Puncak	Waktu Retensi	Pola Fragmentasi (m/z)	% Area	Perkiraan Nama Senyawa
1	22.548	27, 41, 55, 69, 79, 93, 105, 119, 133, 147, 161, 175, 189, 204	92,07	SI: 94 β-patcoulen

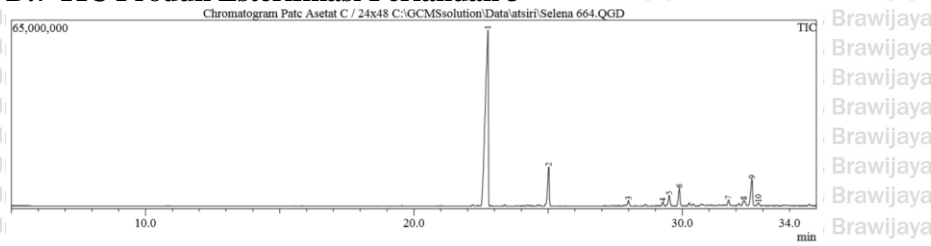
### D.6 TIC Produk Esterifikasi Perlakuan 2



No. Puncak	Waktu Retensi	Pola Fragmentasi (m/z)	% Area	Perkiraan Nama Senyawa
1	22.685	27, 41, 55, 69, 79, 93, 105, 119, 133, 147, 161, 175, 189, 204	96,97	SI: 95 β-patcoulen



# D.7 TIC Produk Esterifikasi Perlakuan 3



Line	Waktu Retensi	% Area	Perkiraan Nama Senyawa
1	22,756	72,30	β-patcoulena
2	25,020	9,07	Sativena
3	27,991	1,02	β-cedrenoksida
4	29,274	0,75	(E,1RS,3SR,6RS)-3-(3'-methy 1',3'-butadienyl)-3,4,4- trimethylbicyclo[4.1.0]heptan- one \$\$ bicyclo[4.1.0]heptan-2
5	29,512	2,59	2-propen-1-one, 1-cyclohexyl- (cas) 2,2,7,7-tetramethyl- tricyclo[6.2.1.0 1,6]undec-4-er one
6	29,888	3,83	7h-2,4a-methanonaphthalen-7- 1,2,3,4,5,6-hexahydro-1,1,5,5- tetramethyl
7	31,726	1,14	2,6,10-Trimethylundecan-(5E) 2,5,9-trien-4-one \$\$
8	32,297	1,68	2,2,6-trimethyl-7,9- di(methylidene)bicyclo[4.3.0]1 n-1-ol \$\$ 3aH-Inden-3a-ol, octahydro-4,4,7a-trimethyl-1,3 bis(methylene)- (CAS)



9

32,593

6,88

3-buten-2-ol, 2-methyl-4-(1,3, trimethyl-7-oxabicyclo[4.1.0] 2-yl)- \$\$

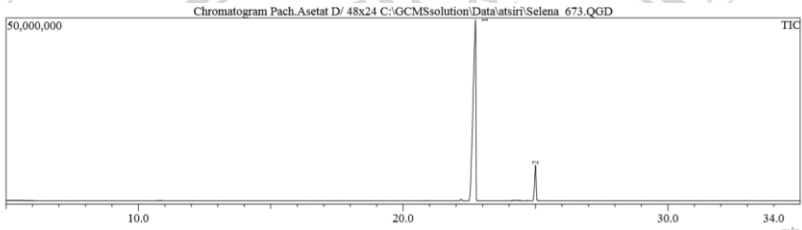
10

32,384

0,74

2h-cyclopropa[g]benzofuran, 4,5,5a,6,6a,6b-hexahydro-4,4, trimethyl-2-(1-methy \$\$ 2h-cyclopropa

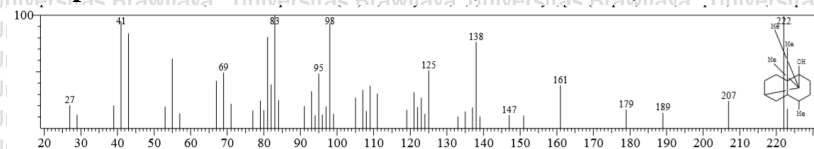
D.8 TIC Produk Esterifikasi Perlakuan 4



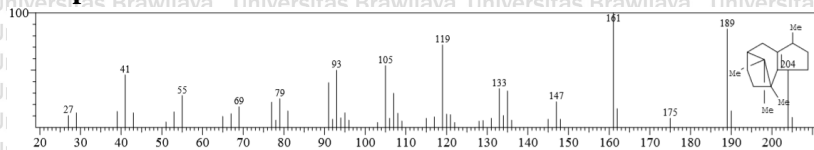
No. Puncak	Waktu Retensi	Pola Fragmentasi (m/z)	% Area	Perkiraan Nama Senyawa
1	22,730	27, 41, 55, 69, 79, 93, 105, 119, 133, 147, 161, 175, 189, 204	90,45	SI: 95 β-patcoulen

## LAMPIRAN E. SPEKTRA MASSA

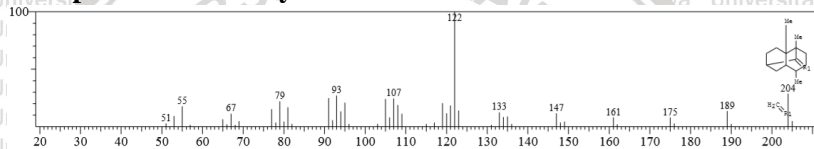
### E.1 Spektra Massa Patcouli Alkohol (bahan dasar)



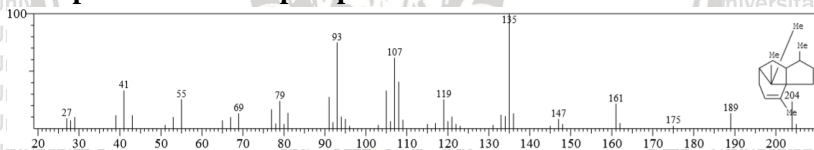
### E.2 Spektra Massa Patcoulene



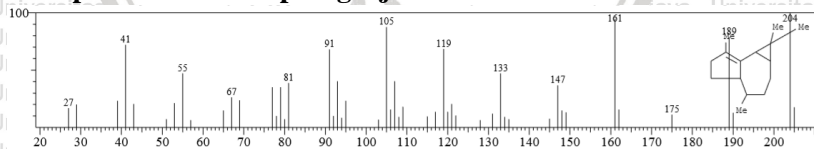
### E.3 Spektra Massa Seychellene



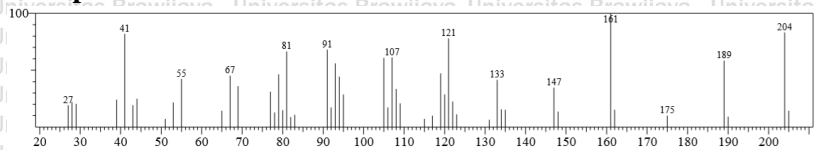
### E.4 Spektra Massa Alpha-patcoulene



### E.5 Spektra Massa Alpha-gurjunene

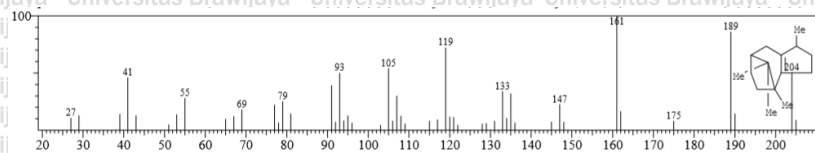


### E.6 Spektra Massa Aromadendrene

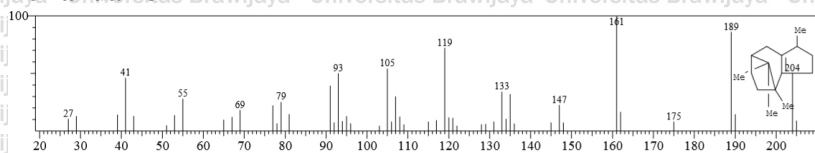




## E.7 Spektra Massa Fragmen Patcoulenil Asetat pada Metode B Perlakuan 2

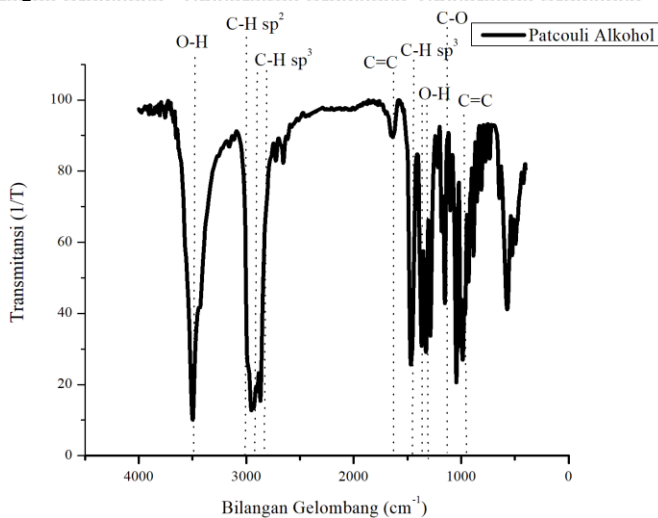


## E.7 Spektra Massa Fragmen Patcoulenil Asetat pada Metode B Perlakuan 3

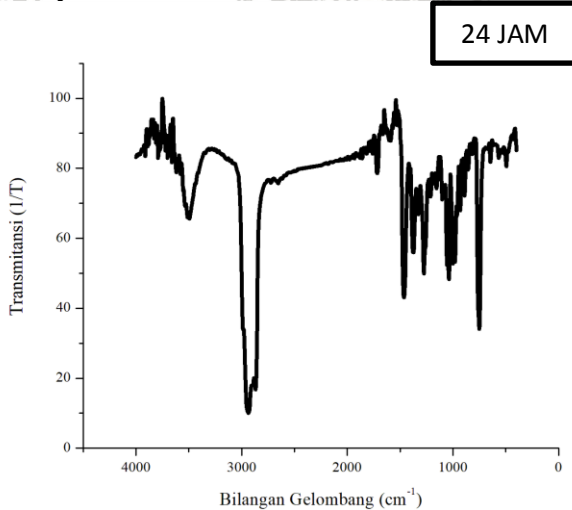


## LAMPIRAN F. DATA HASIL FTIR

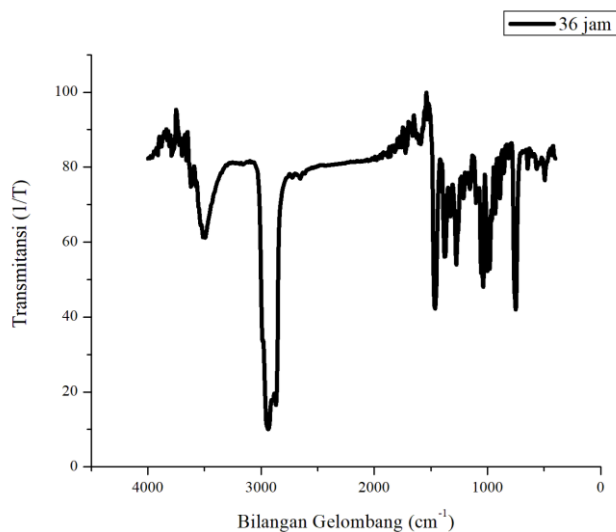
### F.1 Spektre IR Patcouli Alkohol



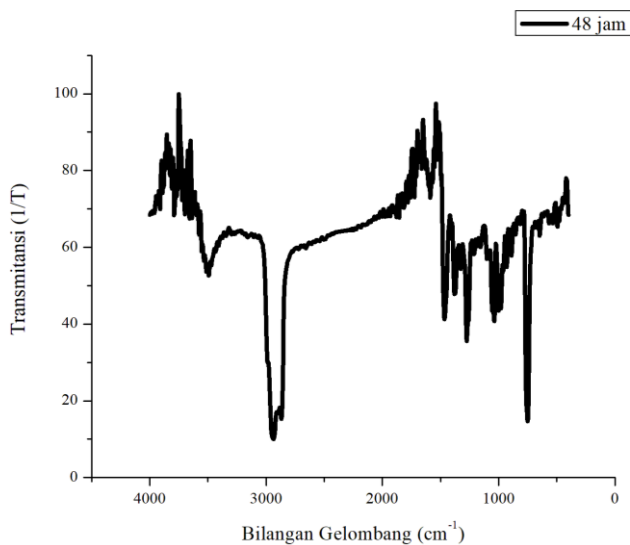
### F.2 Spektre IR Produk Esterifikasi Metode A 24 jam



### F.3 Spektra IR Produk Esterifikasi Metode A 36 jam

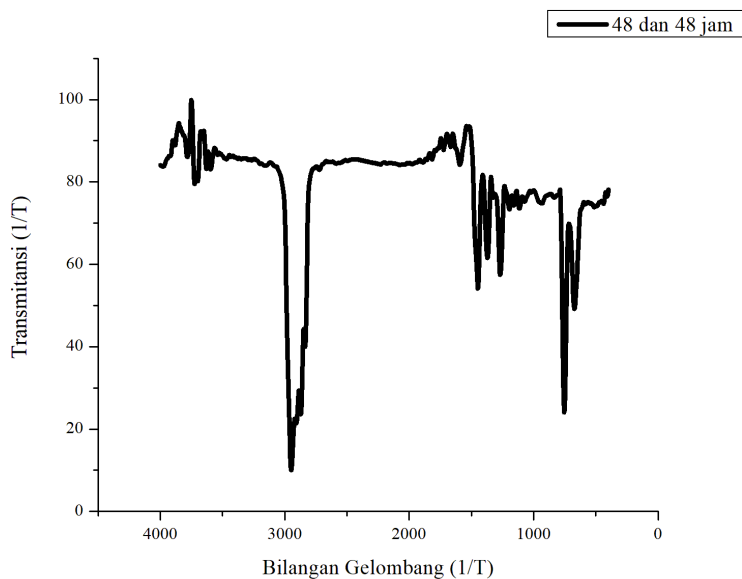


### F.4 Spektra IR Produk Esterifikasi Metode A 48 jam

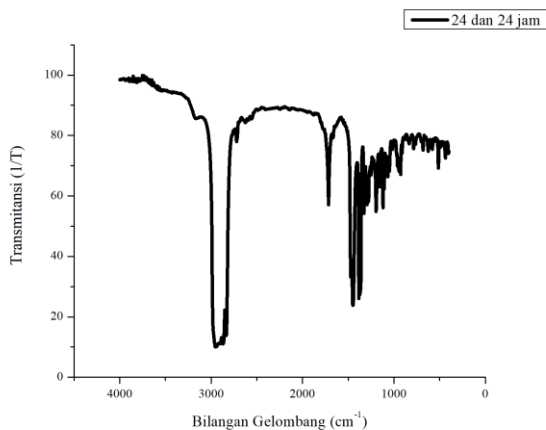




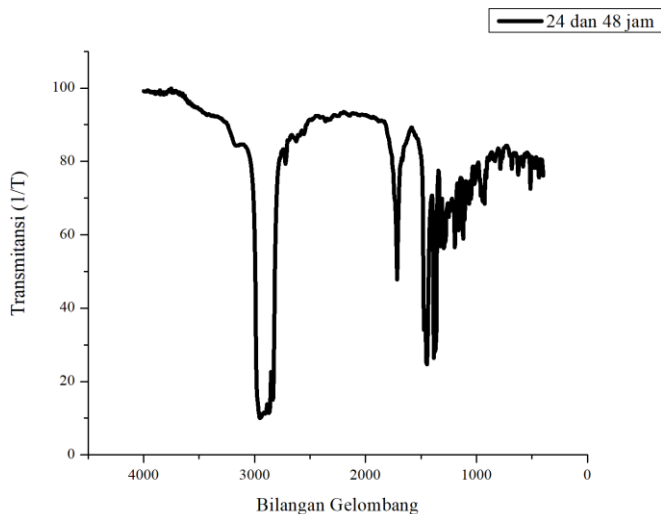
## F.5 Spektra IR Produk Esterifikasi Metode B Perlakuan 1



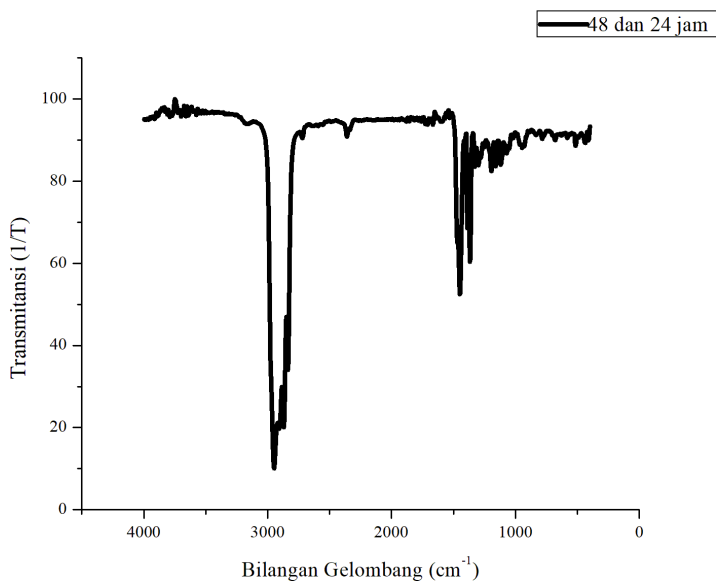
## F.6 Spektra IR Produk Esterifikasi Metode B Perlakuan 2



## F.7 Spektra IR Produk Esterifikasi Metode B Perlakuan 3



## F.8 Spektra IR Produk Esterifikasi Metode B Perlakuan 4



## LAMPIRAN G. DOKUMENTASI PENELITIAN



**Gambar F.1 Proses Pengadukan setelah 48 jam**



**Gambar F.2 Produk Patcoulenil Asetat dengan Metode A dari kiri ke kanan: 24 jam; 36 jam; 48 jam.**



**Gambar F.3 Produk patcoulenil asetat dengan metode B dari kiri ke kanan; perlakuan 1, perlakuan 2, perlakuan 3, dan perlakuan 4.**